



**TÜRKİYE CUMHURİYETİ
ANKARA ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**



**İŞİK İLE POLİMERİZE EDİLEN
KOMPOZİT REZİNLERİN
POLİMERİZASYON DÖNÜŞÜM DERECELERİNİN
BELİRLENMESİNDE ÜÇ FARKLI YÖNTEMİN
KARŞILAŞTIRILMASI**

Ceren KOSER

**DİŞ HASTALIKLARI VE TEDAVİSİ ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ**

**DANIŞMAN
Prof. Dr. Adil NALÇACI**

2014- ANKARA

**TÜRKİYE CUMHURİYETİ
ANKARA ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**İŞİK İLE POLİMERİZE EDİLEN KOMPOZİT REZİNLERİN
POLİMERİZASYON DÖNÜŞÜM DERECELERİNİN
BELİRLENMESİNDE ÜÇ FARKLI YÖNTEMİN
KARŞILAŞTIRILMASI**

Ceren KOSER

**DİŞ HASTALIKLARI VE TEDAVİSİ ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ**

**DANIŞMAN
Prof. Dr. Adil NALÇACI**

Bu tez, Ankara Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projesi destek fonu tarafından 11B 3334006 proje numarası ile desteklenmiştir.

2014-ANKARA

Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü

Diş Hastalıkları ve Tedavisi Doktora Programı

Çerçevesinde yürütülmüş olan bu çalışma, aşağıdaki jüri tarafından

Doktora Tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Savunma Tarihi. 27.11.2014



Prof.Dr.Orhan ATAKOL

Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi

Jüri Başkanı



Prof.Dr.Adil NALÇACI (Danışman)

Ankara Üniversitesi

Diş Hekimliği Fakültesi

Prof.Dr.Engin ERSÖZ

Ankara Üniversitesi


Diş Hekimliği Fakültesi



Prof.Dr.Mine B.ÜÇTAŞLI

Gazi Üniversitesi

Diş Hekimliği Fakültesi



Doç.Dr.Hacer D.ARISU

Gazi Üniversitesi

Diş Hekimliği Fakültesi

İÇİNDEKİLER

Kabul ve Onay	i
İçindekiler	ii
Önsöz	v
Simgeler ve Kısaltmalar	vi
Şekiller	viii
Çizelgeler Dizini	ix
1. GİRİŞ	1
1.1. Kompozit Rezin Esaslı Dolgu Maddeleri	2
1.1.1. Rezin Matriks (Organik Matriks Fazı)	2
1.1.2. Doldurucular (İnorganik Faz)	4
1.1.3. Bağlayıcı Ajanlar (Ara Faz)	6
1.1.4. Kompozit Rezin Esaslı Dolgu Maddelerinin Yapısındaki Diğer Bileşenler	6
1.2. Kompozit Rezinlerin Sınıflandırılması	8
1.2.1. Dental Kompozitlerin Doldurucu Büyüklüğüne Göre Sınıflandırılması	8
1.2.2. Dental Kompozitlerin Doldurucu Tipine Göre Sınıflandırılması	8
1.2.3. Dental Kompozitlerin Polimerizasyon Şekillerine Göre Sınıflandırılması	8
1.2.3.1. Kimyasal Yolla Polimerize Olan Kompozitler	9
1.2.3.2. Ultraviyole (UV) Işığı ile Polimerize Olan Kompozitler	9
1.2.3.3. Görünür Işık ile Polimerize Olan Kompozitler	10
1.2.3.4. Lazer Işığı ile Polimerize Olan Kompozitler	10
1.2.3.5. Hem Kimyasal Hem Işık İle Polimerize Olabilen Kompozitler (Dual-Cure)	11
1.2.4. Kompozit Rezinlerin Viskozitelerine Göre Sınıflandırılması	11
1.2.4.1. Kondanse Olabilen Kompozit Rezinler	11
1.2.4.2. Akıcı Kompozit Rezinler	12
1.3. Kompozit Rezinlerde Güncel Gelişmeler	12
1.3.1. Nanokompozitler	13

1.3.2.	Siloran Bazlı Kompozitler	15
1.4.	Polimerizasyon	15
1.4.1.	Kondensasyon Polimerizasyonu	16
1.4.2.	Katımlı Polimerizasyon	17
1.4.3.	Dönüşüm Derecesi (Degree of Conversion)	23
1.4.4.	Polimerizasyon Derinliği (Depth of Cure)	23
1.5.	Görünür Işık Polimerizasyon Cihazları	24
1.5.1.	Kuartz Tungsten Halojen Işık Cihazları	24
1.5.2.	LED Işık Cihazları	25
1.5.3.	Plazma Ark (PAC) Işık Cihazlar	26
1.5.4.	Argon Lazer Işık Cihazları	26
1.6.	Polimerizasyon Dönüşüm Derecesinin Belirlenmesinde Kullanılan Aletler	26
1.6.1.	Fourier Transform Infrared Spektroskopisi (FTIR)	26
1.6.2.	Mikro Sertlik Testleri	30
1.6.2.1.	Brinell Sertlik Cihazı	32
1.6.2.2.	Knoop Sertlik Cihazı	32
1.6.2.3.	Vickers Sertlik Cihazı	33
1.6.2.4.	Rockwell Sertlik Testi	33
1.6.2.5.	Barcol Sertlik Testi	33
1.6.3.	Differansiyel Termogravimetrik Analiz (DTA-TGA)	34
1.7.	Amaç	35
2.	GEREÇ VE YÖNTEM	36
2.1.	Çalışmada Kullanılan Materyaller	37
2.1.1.	Grandio® Kompozit Rezine	37
2.1.2.	Filtek™ Z-250 Kompozit Rezine	37
2.1.3.	Filtek™ Siloran Posterior Kompozit Rezine	37
2.2.	Çalışmada Kullanılan Cihazlar	37
2.2.1.	Çalışmada Kullanılan Işık Cihazı	37
2.2.2.	Vickers Sertlik Cihazı	38
2.2.3.	FTIR Cihazı	39
2.2.4.	DTG Cihazı	39
2.3.	Örneklerin Hazırlanması	40

2.4.	Vickers Sertlik Ölçümleri	44
2.5.	IR Analizleri	45
2.6.	DTG Analizleri	45
2.7.	İstatiksel Analiz	46
3.	BULGULAR	47
3.1.	Yüzey Sertliği Sonuçları	47
3.1.1.	Filtek™ Siloran İçin Yüzey Sertliği Sonuçları	47
3.1.2.	Filtek™ Z-250 İçin Yüzey Sertliği Sonuçları	48
3.1.3.	Grandio® İçin Yüzey Sertliği Sonuçları	48
3.1.4.	Kompozitlerin 1 mm, 2 mm ve 3 mm Kalınlıkta Yüzey Sertlik Oranlarının Karşılaştırılması	49
3.1.5.	Kompozitlerin 1 mm, 2 mm ve 3 mm Alt Yüzey-Üst Yüzey Sertliklerinin Karşılaştırılması	52
3.2.	IR Analizi Sonuçları	53
3.2.1.	Filtek™ Siloran IR Analizi Sonuçları	53
3.2.2.	Filtek™ Z-250 IR Analizi Sonuçları	54
3.2.3.	Grandio® IR Analizi Sonuçları	55
3.2.4.	Kompozitlerin 1 mm, 2 mm ve 3 mm Kalınlıkta IR Analiz Sonuçlarının Karşılaştırılması	55
3.3.	DTG Analiz Sonuçları	58
4.	TARTIŞMA	59
5.	SONUÇ VE ÖNERİLER	74
	ÖZET	76
	SUMMARY	77
	KAYNAKLAR	78
	ÖZGEÇMİŞ	91

ÖNSÖZ

Kompozit rezin restoratif materyaller yaklaşık 50 yıldır diş hekimliğinde restoratif materyal olarak kullanılmaktadırlar ve gerek monomer gerekse doldurucu içeriği, boyutları ve şekli açısından her geçen gün gelişmektedirler. Kompozitlerin sürekliliğini ve bir dolgu materyali olarak başarısını etkileyen en önemli faktörlerden biri polimerizasyon dönüşüm derecesidir. Bu tezin amacı üç farklı tipteki kompozitin 3 farklı yöntemle polimerizasyon dönüşüm derecelerinin belirlenmesi ve bu yöntemlerin karşılaştırılmasıdır.

Bu tez çalışması ve akademik gelişimimde bana yaptığı katkılardan dolayı sevgili hocam Prof. Dr. Adil NALÇACI'ya, tezle ilgili yöntemleri bana bıkmadan anlatıp yardımlarını benden esirgemeyen Prof. Dr. Orhan ATAKOL'a, gerek akademik gerek özel yaşamımda hep yanımda olan Gözde PİRKOCA, Hande ŞEBEROL ve Gülbike DEMİREL'e, bölümdeki tüm arkadaşlarıma ve bana destek olan hocalarıma, beni bugünlere getiren aileme yürekten teşekkürlerimi sunarım.

SİMGELER VE KISALTMALAR

%	Yüzde
<	Küçük
>	Büyük
°C	Derece santigrat
c	Işık hızı
λ	Dalga boyu
$\bar{\nu}$	Işınım frekansı
h	Planck sabiti
ATR	Azaltılmış toplam yansıma
Bis-EMA	Etoksilenmiş bisfenol A glikol dimetakrilat
Bis-GMA	Bisfenol A glisidil dimetakrilat
BP	Benzol peroksit
C=C	Reaksiyona girmemiş monomer (Karbon çifte bağ karbon)
CQ	Kamferokinon
DC	Dönüşüm Derecesi (Degree of Conversion)
DOC	Polimerizasyon Derinliği
DTG	Diferansiyel Termogravimetrik Analiz
E	Enerji
FTIR	Fourier Transform Infrared Spektroskopisi Yöntemi
LED	Light Emitting Diode (Işık Yayan Diyot)
IR	Infrared
KBr	Potasyum bromür
mm	Milimetre
mW	Miliwatt

mW/cm ²	Miliwatt/santimetrekare
μ	Mikron
μm	Mikrometre
n	Örnek sayısı
nm	Nanometre
PAC	Plazma Arc Curing
PPD	Fenilpropandion
TEGDMA	Trietilen glikol dimetakrilat
TPO	Lucirin
UV	Ultraviyole
UDMA	Üretandimetakrilat

ŞEKİLLER

Şekil 1.1.	Bis-GMA'nın yapı formülü.	3
Şekil 1.2.	TEGDMA'nın yapı formülü.	3
Şekil 1.3.	UDMA'nın yapı formülü.	3
Şekil 1.4.	Bis-EMA'nın yapı formülü.	4
Şekil 1.5.	Siloranın yapı formülü.	4
Şekil 1.6.	Polimerizasyon reaksiyonu: Başlatma.	18
Şekil 1.7.	Polimerizasyon reaksiyonu: İlerleme ve zincir transferi.	21
Şekil 1.8.	Polimerizasyon reaksiyonu: Zincir transferi.	21
Şekil 1.9.	Polimerizasyon reaksiyonu: Sonlanma.	22
Şekil 1.10.	Katyonik halka açılımlı polimerizasyon reaksiyonu.	22
Şekil 2.1.	HVS 1000 Microhardness test cihazı.	38
Şekil 2.2.	Shimadzu DTG-60H cihazı.	39
Şekil 2.3.	Shimadzu DTG-60H cihazının çalışma prensibini gösteren şema.	40
Şekil 3.1.	Tüm grupların alt/üst yüzey sertlik oranları grafiği.	51
Şekil 3.2.	Tüm kompozitlerin 1 mm kalınlıkta ortalama alt yüzey-üst yüzey sertlik değerleri dağılım grafiği.	52
Şekil 3.3.	Tüm kompozitlerin 2 mm kalınlıkta ortalama alt yüzey-üst yüzey sertlik değerleri dağılım grafiği.	52
Şekil 3.4.	Tüm kompozitlerin 3 mm kalınlıkta ortalama alt yüzey-üst yüzey sertlik değerleri dağılım grafiği.	53
Şekil 3.5.	Tüm grupların IR analizi sonuçları dağılım grafiği.	57
Şekil 4.1.	Bis-GMA DTA-TG termogramı.	70
Şekil 4.2.	TEGDMA DTA-TG termogramı.	71

ÇİZELGELER

Çizelge 1.1.	Sertlik ölçüm testleri.	32
Çizelge 2.1.	Çalışmada kullanılan materyaller.	36
Çizelge 2.2.	Çalışmada kullanılan cihazlar.	36
Çizelge 2.3.	Çalışma düzeneği.	41
Çizelge 3.1.	Filtek™ Siloran'ın farklı kalınlıklarda alt/üst yüzey sertlik oranlarının istatistiksel değerlendirilmesi.	47
Çizelge 3.2.	Filtek™ Z-250'nin farklı kalınlıklarda alt/üst yüzey sertlik oranlarının istatistiksel değerlendirilmesi.	48
Çizelge 3.3.	Grandio®'nun farklı kalınlıklarda alt/üst yüzey sertlik oranlarının istatistiksel değerlendirilmesi.	49
Çizelge 3.4.	1 mm kalınlıktaki farklı kompozitlerin alt/üst yüzey sertliği oranlarının ortalama değerleri ve istatistiksel değerlendirilmesi.	49
Çizelge 3.5.	2 mm kalınlıktaki farklı kompozitlerin alt/üst yüzey sertliği oranlarının ortalama değerleri ve istatistiksel değerlendirilmesi.	50
Çizelge 3.6.	3 mm kalınlıktaki farklı kompozitlerin alt/üst yüzey sertliği oranlarının ortalama değerleri ve istatistiksel değerlendirilmesi.	50
Çizelge 3.7.	Tüm grupların ortalama alt/üst yüzey sertlik oranları ve istatistiksel değerlendirmesi.	51
Çizelge 3.8.	Filtek™ Siloran'ın farklı kalınlıklarda IR analiz sonuçlarının istatistiksel değerlendirilmesi.	54
Çizelge 3.9.	Filtek™ Z-250'nin farklı kalınlıklarda IR analiz sonuçlarının istatistiksel değerlendirilmesi.	54
Çizelge 3.10.	Grandio®'nun farklı kalınlıklarda IR analiz sonuçlarının istatistiksel değerlendirilmesi.	55
Çizelge 3.11.	1 mm kalınlıktaki farklı kompozitlerin IR analiz sonuçları ve istatistiksel değerlendirilmesi.	55
Çizelge 3.12.	2 mm kalınlıktaki farklı kompozitlerin IR analiz sonuçları ve istatistiksel değerlendirilmesi.	56
Çizelge 3.13.	3 mm kalınlıktaki farklı kompozitlerin IR analiz sonuçları ve istatistiksel değerlendirilmesi.	56
Çizelge 3.14.	Tüm grupların IR analiz sonuçları ve istatistiksel değerlendirmesi.	57

Çizelge 3.15. Filtek™ Siloran'ın farklı kalınlıklarda DTG analiz sonuçlarının istatistiksel değerlendirilmesi.

1. GİRİŞ

Kompozit bazlı rezin teknolojisinin restoratif diş hekimliğinin kullanımına sunulması geçen yüzyılda diş hekimliğine sağlanan en önemli katkılardan biridir (Fortin ve Vargas, 2000). Formülündeki gelişmeler ve özelliklerinin iyileştirilmesi dental kompozitleri çok daha güvenilir hale getirmiştir (Van Meerbeek ve ark., 1998). Buna rağmen materyaller arasındaki farklılıklar, monomer yapıları, doldurucu kompozisyonları ve doldurucu ile matris arasındaki bağlayıcı ajanın kimyasal yapısı, değişik mekanik özelliklere sahip olmalarına ve dolayısıyla da kimyasal ve fiziksel bozunmalara karşı farklı direnç özellikleri göstermelerine sebep olmaktadır (Manhart ve ark., 2000).

Diş hekimliğinde kullanılan restoratif materyallerin fiziksel ve mekanik özellikleri restorasyonların klinik başarısını doğrudan etkilemektedir (Wilson, 1990). Restoratif materyaller ağız içerisinde fiziksel ve kimyasal birçok etkiye maruz kalmaktadır. Bu etkenler karşısında dayanıklılıklarını koruyabilmeleri rezin bazlı kompozitlerde sertlik derecesine bağlıdır (Drexler ve ark., 1997). Kompozit rezinlerde yüksek sertlik değerlerinin daha yaygın polimerizasyon dereceleri gösterdiği bildirilmiştir (Watts ve ark., 1987).

Kompozit rezinlerin polimerizasyon dereceleri, materyalin fiziksel özellikleri ile biyouyumululuğunda en önemli parametrelerden biridir (Wilson, 1990). Işıkla polimerize olan kompozit rezinlerin sertleşme derecesi; materyalin kimyasal yapısı, doldurucu oranı ve kullanılan ışık cihazına bağlıdır (Kim ve ark., 2002; Asmussen ve Peutzfeld, 2005).

Bu çalışmamızdaki amacımız, farklı monomer yapısına ve farklı dolduruculara sahip kompozitlerin polimerizasyon derecelerini farklı yöntemlerle değerlendirmek ve polimerizasyon dönüşüm miktarını ölçmeye yarayan bu yöntemleri kapsamlı bir şekilde karşılaştırmaktır.

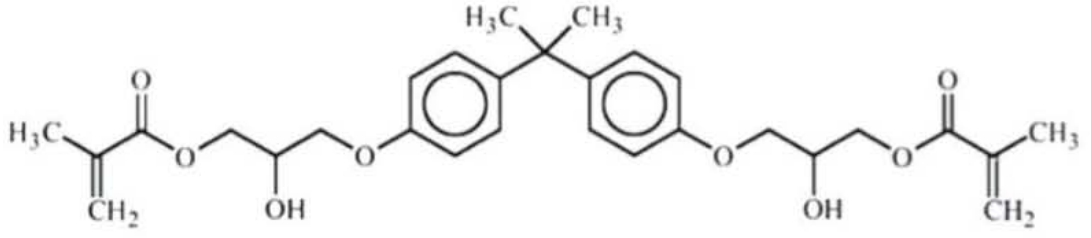
1.1 Kompozit Rezin Esaslı Dolgu Maddeleri

Mine ve dentin dokusuna adezyon ile bağlanan kompozit rezinler ilk kez 1962 yılında Dr. Ray Bowen tarafından tanıtılmış ve günümüze kadar önemli gelişmeler göstermiştir. Tanım olarak kompozit iki veya daha fazla bileşenden oluşan materyal anlamına gelmektedir (Philips, 1991). Dr. Bowen'ın kompoziti, bisfenol A glisid metakrilat (bis-GMA), doldurucu parçacıklar ve bu doldurucuları rezin matrikse bağlayan organik bir silan bağlayıcı ajandan oluşmaktadır. Kısaca modern kompozit rezinler yapısal olarak 3 ana bileşenden meydana gelmektedir:

1. Rezin matriks- Devamlı bir faz oluşturarak doldurucuları birbirine bağlayan plastik rezin materyal
2. Doldurucu- Matriks içerisine yayılmış olan kuvvetlendirici parçalar ve/veya fiberler
3. Bağlayıcı Ajan- Doldurucu ve rezin matriks arasındaki adezyonu sağlayan birleştirici ajan (Anusavice, 2003).

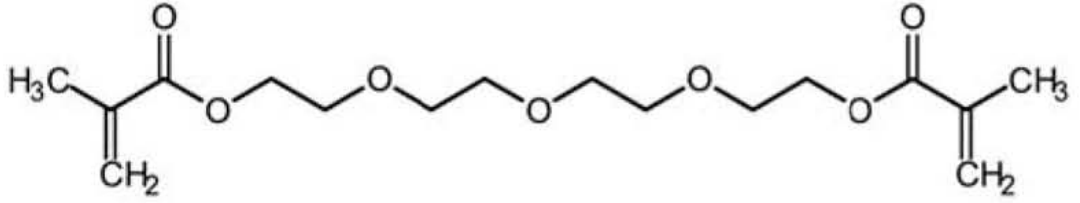
1.1.1. Rezin Matriks (Organik Matriks Fazı)

Rezin matrikslerin yapısında sıklıkla kullanılan monomer bisfenol A glisid metakrilattır (bis-GMA) (Şekil 1.1) (Fleisch ve ark., 2010). Polimerizasyon sırasında büzülmesinin nispeten az olması ve çapraz bağlı bir yapı oluşturması bu monomerin en önemli avantajlarından (Soderholm ve Mariotti, 1999). Rezin matriksin çapraz bağlı bir yapıda olması kompozitin rijitliğini arttırmakla beraber, ısı gibi bozunmaya sebebiyet veren durumlar ile su ve alkol gibi çözücülere karşı dirençli olmasını sağlamaktadır. Bis-GMA yüksek ağırlıklı bir monomer olduğu için materyalin fiziksel özelliklerini iyileştirse de aynı zamanda viskoziteyi arttırmaktadır, bu da kompozitin karıştırılma ve manüplasyon özelliklerini azaltmaktadır (Anusavice, 2003, s.:403).

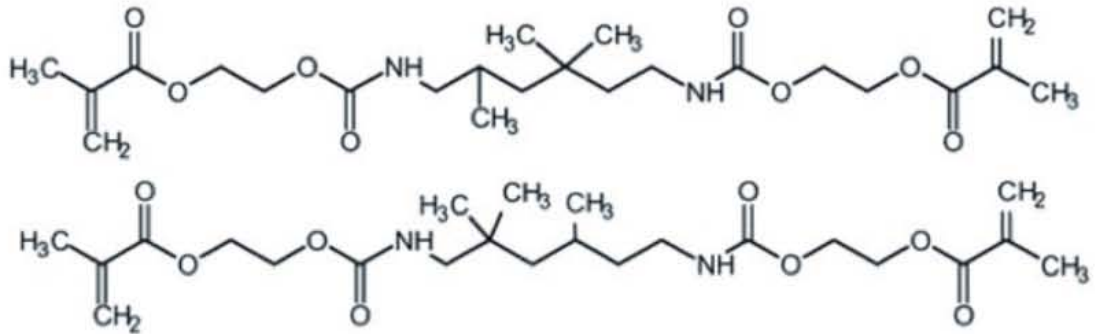


Şekil 1.1. Bis-GMA'nın yapı formülü.

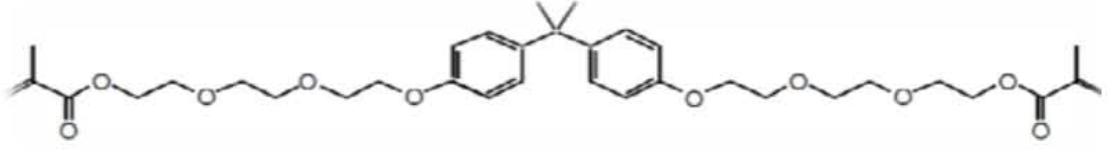
Viskoziteyi azaltmak amacıyla matrikse trietilen glikol dimetakrilat (TEGDMA) (Şekil 1.2), üretan dimetakrilat (UDMA) (Şekil 1.3) ve bisfenol A etoksilat dimetakrilat (bis-EMA) (Şekil 1.4) gibi düşük viskoziteli monomerler eklenmiştir (Dayangaç, 2000, s.:2 ; Fleisch ve ark., 2010). Rezin matriks içerisinde polimerizasyon hızlandırıcı ve başlatıcıları, ultraviole stabilizatörleri, rezinin ısı, ışık ve diğer yollarla kendi kendine polimerize olmasını engellemek ve raf ömrünü uzatmak amacıyla 4-metoksifenol ve 2,4,6-terseyerbütülfenol inhibitörleri de bulunmaktadır (Dayangaç, 2000, s.:2).



Şekil 1.2. TEGDMA'nın yapı formülü.

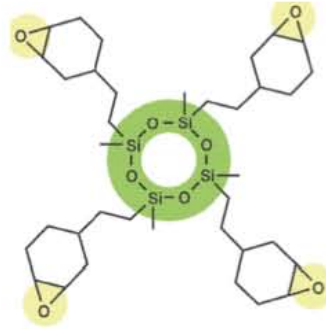


Şekil 1.3. UDMA'nın yapı formülü.



Şekil 1.4. Bis-EMA'nın yapı formülü.

Dental kompozit arařtırmalarındaki yeni geliřmeler oksiran bazlı rezinler gibi halka açılımlı sistemlere yoęunlařmaktadır. Bu rezinlerde geleneksel bis-GMA ierikli kompozitlere gre polimerizasyon bzlmesi daha az olmakta ve polimerizasyon derecesi artmaktadır (Ilie ve Hickel, 2006). Weinmann ve ark. (2005) oksiran ve siloksandan oluřan siloran isimli yeni bir monomer sistemi sentezlemiřlerdir (Şekil 1.5). Bu monomerin polimerizasyonu katyonik halka açılımı řeklinde olmaktadır (Eckert ve ark., 2004).



Şekil 1.5. Siloranın yapı forml (Filtek™ Silorane, 2013).

1.1.2. Doldurucular (İnorganik Faz)

Doldurucular rezin esaslı dolgu materyallerinin ana bileřenleridir. Bu paracıklar kompozitlerin aęırlıka %70-%80'ini oluřtırmaktadırlar (Shin ve Drummond, 1999). Gnmzde kullanılmakta olan kompozitlerdeki doldurucu paracıklar ilk jenerasyon kompozitlere gre olduka geliřtirilmiřtir. alıřmalar inorganik doldurucuların niteliklerinin arttırılmasının kompozit restorasyonların mekanik zelliklerini geliřtirdięini gstermektedir (Oysied ve ark., 1986). Bununla beraber doldurucu miktarının arttırılması :

- a- Materyalin sertliğini, kuvvetini ve aşınma direncini arttırmaktadır
- b- Monomer miktarı azalacağı için polimerizasyon büzülmesi azalmaktadır
- c- Termal genişleme ve büzülme azalacaktır
- d- Viskozitenin artması ile materyalin manüplasyonunu kolaylaştırmaktadır
- e- Materyalin su emilimi ve renkleşme miktarını azaltmaktadır
- f- Radyoopasitesini arttırmaktadır (Anusavice, 2003, s.:403).

Günümüzde kompozitlerde bulunan tipik doldurucu parçaları silika, zirkonyum oksit, kristalin kuartz ve baryum silikat camdır (Soderholm ve ark., 2000). Bu parçacıklar rezin içerisinde çeşitli boyutlarda ve şekillerde bulunabilirler (Samuel ve ark., 2009).

Geleneksel kompozit rezinler ortalama olarak $1\mu\text{m}$ 'den çok daha büyük boyutlara sahip doldurucular içermektedirler ve tipik olarak bu boyutlar yaklaşık olarak insan saçı teli kalınlığındadır. Bu parçacıklara sahip kompozitlerde doldurucu oranı ağırlıkça %70-%80, hacimce ise %55-%65'dir. Bu makrofil dolduruculara sahip kompozitler çok kuvvetli olmakla beraber, cila işlemleri oldukça zordur ve düzgün bir yüzey elde etmek imkansızdır (Ferracane, 1995). Bu durumun getirdiği uzun dönem estetik problemlerin üstesinden gelmek için mikrofil dolduruculu kompozitler formüle edilmiştir. Bu kompozitlerde amorf küre şeklindeki silika doldurucular yaklaşık olarak 40nm boyutlarındadır. Bu kompozitlere doldurucu yüklemesi zor olduğu için prepolimerize rezin doldurucularla beraber kullanılmaktadırlar (Ferracane, 2011). Bunların yanında teknolojik gelişmelerle beraber daha küçük parçacıkların daha yüksek ağırlıklarda kompozit içerisine eklenmesi artık mümkündür. Günümüzde bu gelişme nanoteknoloji ile karşımıza çıkmaktadır (Mitra ve ark., 2003).

Nano doldurucuların üretimi diğer geleneksel partiküllerin üretim şekillerinden farklılık göstermektedir. Geleneksel doldurucu partiküller büyük kütlelerin öğütülmesi sonucu küçük partiküllerin elde edilmesi biçiminde olurken; nanodoldurucu teknolojisinde partiküller, atomun atoma, molekülün moleküle ilavesi şeklinde olmaktadır (Mitra ve ark., 2003).

1.1.3. Bağlayıcı Ajanlar (Ara Faz)

Dental kompozitlerin başarılı özelliklere sahip olabilmeleri için, inorganik doldurucular ile rezin matrisi oluşturan organik oligomerin yerleştirme sırasında birbirlerine güçlü bir şekilde bağlanmaları gerekmektedir. Bu bağ ayrıca kimyasal yapının devamlılığının sağlanması için de gereklidir. Bağlayıcı ajanlar, üreticiler tarafından rezin matrisine katılmadan önce doldurucu parçaların etrafının bir bağlanma ajanı ile kaplanmasıyla elde edilmektedir. Bu amaçla en sık kullanılan bağlayıcı madde organik silikon bileşenlerinden oluşan silanlardır (3-metakriloksi propil trimetoksi silan) (Powers ve Sakaguchi, 2006; s.:193). Modern kompozit rezinlerde silika partiküllerinin yüzeyi silan bağlama ajanlarıyla önceden kaplanmış ve silika partikülleri yüzeyinde tek molekül ve çift fonksiyonlu çok ince bir katman oluşturulmuştur. Bu katmandaki moleküllerin bir ucu silika partiküllerinin yüzeyinde var olan hidroksil grupları ile, diğer ucu organik matrisindeki polimer ile bağlanmıştır. Silan bağlanma ajanları rezinin fiziksel ve mekanik özelliklerini geliştirdiği gibi rezin-partikül ara yüzü boyunca suyun geçişini önleyerek hidrolitik dengeyi sağlar, rezinin çözünürlüğünü ve su emilimini azaltır (Dayangaç, 2000; s.:4).

1.1.4. Kompozit Resin Esaslı Dolgu Maddelerinin Yapısındaki Diğer Bileşenler

Başlatıcı ve Aktivatörler: Kompozit rezinler ışıkla ya da kimyasal olarak aktive olmaktadır. Işıkla aktive olan kompozitler 470 nm dalga boyuna sahip mavi ışıkla polimerize olmaktadır. Kamferokinon (CQ) ya da benzeri bir foto-aktivatör %0,2-%1,0 arası oranlarda materyalin içinde bulunmaktadır. Resin matrisinde bulunan organik amin ve CQ oda sıcaklığında ışığa maruz kalmadığı sürece polimerin içinde stabil halde bulunmaktadır. CQ en çok kullanılan foto-aktivatör olmasına rağmen özel estetik durumlarda Fenilpropanedion (PPD) veya Lucirin (TPO) de kullanılabilir (Willems ve ark., 1993; Bayne ve ark., 1994). CQ polimerize olmamış kompozitte hafif bir sarı renge sebep olmaktadır, bu renk polimerizasyon sonrası nötralize olmasına rağmen Powers (2006) CQ içerikli kompozitlerle estetik renk uyumunun yakalanmasının zor olduğunu belirtmiştir.

Kimyasal yolla aktive olan kompozitlerde ise başlatıcı etki yapan benzol peroksit, hızlandırıcı etki yapan bir aromatik tersiyer amin (N,N-bis) ile reaksiyona girerek polimerizasyon sağlanır (Powers. 2006; s.:194)

Inhibitorler: Kompozitlerin saklanması ve çalışma sırasında kendiliğinden polimerizasyonunun engellenmesi amacıyla rezin matrikse katılan bileşiklerdir. En yaygın olarak kullanılanları 4-metoksifenol ve 2, 4, 6-tersiyer bütül fenoldür (Rawls ve Esquivel-Upshaw, 2003).

Pigmentler: Genellikle inorganik oksitler estetik olarak gerekli rengi sağlamak için az miktarda dental kompozitlere katılmaktadırlar. Bu sayede en açık tonlardan griye kadar geniş bir renk skalasında materyaller elde edilebilmektedir (Rawls ve Esquivel-Upshaw, 2003).

UV Stabilizatörleri: oksidasyon sonucu oluşabilecek renk değişikliklerini engellemek için dental kompozitlerin içine bir UV-stabilizatörü (2-hidroksi-4-metoksibenzofenon) ilave edilebilir (Willems ve ark., 2003).

Optik Modifiye Ediciler: Doğal bir estetik görünüm için kompozitler renk ve translusensi açısından diş yapısını taklit edebilmelidir. Renk pek çok pigmentle sağlanabilmektedir. Bu pigmentler çoğunlukla az miktarlarda metal oksit parçacıklarının karışımından oluşmaktadır. Translusensi ve opasite için ise mine ve dentinin görünümü taklit edilmelidir. Opasiteyi arttırmak için üreticiler dental kompozitlerin içine ağırlık olarak %0,001-%0,007 oranlarında titanium dioksit ve aliminyum oksit katarlar (Rawls ve Esquivel-Upshaw, 2003). Opasite arttırıcı bu bileşenler ışığın geçirgenliğini arttırdığı için, opak görünümlü kompozitlerin daha ince tabakalar halinde uygulanması gerektiği çalışmalarda gösterilmiştir (Anusavice, 2003; s.:410).

1.2. Kompozit Resinlerin Sınıflandırılması

Kompozit resinler; inorganik doldurucu partiküllerin büyüklüğüne, bu partiküllerin ağırlık ya da hacim olarak yüzdesine ve resin matrikse ekleniş biçimlerine, polimerizasyon yöntemlerine ve viskozitelerine göre sınıflandırılabilirler (Dayangaç, 2000; s.: 9).

1.2.1. Dental Kompozitlerin Doldurucu Büyüklüğüne Göre Sınıflandırılması

Lutz ve Phillips'e (1983) göre kompozit resinler:

- a- Megafil (50-100 μm)
- b- Makrofil (10-100 μm)
- c- Midifil (1-10 μm)
- d- Minifil (0,1-1 μm)
- e- Mikrofil (0,01-0,1 μm)
- f- Hibrit (0,04-1 μm)
- g- Nanofil (0,005-0,01 μm) kompozitler olarak sınıflandırılırlar.

1.2.2. Dental Kompozitlerin Doldurucu Tipine Göre Sınıflandırılması

- a- Homojen dolduruculu kompozitler
- b- Heterojen dolduruculu kompozitler
- c- Hibrit kompozitler

olarak sınıflandırılabilirler (Sturdevant ve ark., 1995).

1.2.3. Dental Kompozitlerin Polimerizasyon Şekillerine Göre Sınıflandırılması

- a- Kimyasal yolla polimerize olan kompozitler
- b- UV ışığı ile polimerize olan kompozitler

- c- Görünür ışık ile polimerize olan kompozitler
- d- Lazer ışığı ile polimerize olan kompozitler
- e- Hem kimyasal hem de ışık ile polimerize olan kompozit rezinler (dual cure) olarak sınıflandırılırlar (Crispin, 1994; Dayangaç, 2000; s.:15).

1.2.3.1 Kimyasal Yolla Polimerize Olan Kompozitler

Kimyasal yolla polimerize olan kompozitler, birinde benzol peroksit (BP) başlatıcı, diğerinde hızlandırıcı bir aromatik tersiyer aminin olduğu iki pattan oluşmaktadırlar. İki patın karıştırılması sonucu tersiyer amin BP ile reaksiyona girerek serbest radikaller oluşur ve bu şekilde polimerizasyon gerçekleşir (Anusavice, 2003; s.:407-408).

1.2.3.2 Ultraviyole (UV) Işığı ile Polimerize Olan Kompozitler

Kompozit rezinlerin ışık ile polimerizasyonu 1970'lerin başında UV ışığı çıkaran cihazların tanıtılmasıyla başlamıştır (Rueggberg, 2010). Işık ile polimerizasyon o dönemde isteğe bağlı sertleşmeye olanak tanıdığı için diş hekimliği açısından büyük bir gelişme olarak kabul edilmiştir. Tipik ışık uygulama süresi 20s olmasına rağmen istenen miktarda polimerizasyonun sağlanması için 40s ışık uygulanması gerekmektedir (Murray ve ark., 1981). Bu kompozitlerde fotobaşlatıcı olarak benzoin eter tipi bileşenler kullanılmaktadır. Bu sayede çoklu radikaller ara bir bileşene gerek olmadan bozunabilmektedirler (Allen, 1996). Bu teknoloji kullanılarak yapılan restorasyonların başarılı olduğu görülmüşse de genel prosedürün endişe verici bir takım götürüleri mevcuttur (Wildier ve ark., 1999). İlk olarak ışığın materyale penetrasyonu yetersizdir ve bu nedenle yeterli polimerizasyon derinliği sağlanamamaktadır (Tirtha ve ark., 1982).

Buna ek olarak kısa dalgalı ışıkların göze (kornea yanması ve katarakt) olan muhtemel zararları ile ağız mikroflorasında oluşturabileceği değişiklikler de sistemin dezavantajlarındandır (Main ve ark., 1983).

1.2.3.3. Görünür Işık ile Polimerize Olan Kompozitler

UV ışığı ile polimerize olabilen kompozitlerin piyasaya sunulmasından birkaç yıl sonra görülebilir ışıkla polimerize edilebilen kompozitler geliştirilmiştir. Görünür ışıkla sertleşebilen bu kompozitin başarısı bünyesinde foto başlatıcı olarak CQ, hızlandırıcı olarak da tersiyer amin bulunmasıdır ve bu esas formül günümüzde de kullanılmaktadır (Stansbury, 2000).

Görünür ışıkla polimerize olabilen kompozitler, kimyasal ışıkla polimerize olan kompozitlerle karşılaştırıldığında, karıştırma işlemi olmadığı için; daha az pöröziteli, daha az renklenebilir ve daha dayanıklıdırlar. Bununla beraber sınırlı polimerizasyon derinliği, 2 mm ya da daha ince tabakalar halinde uygulama zorunluluğu, bazı alanlara göreceli olarak daha zor uygulanabilmesi, değişik renklerde ve geçirgenlikte oldukları için farklı ışık uygulama süreleri gerektirmesi ve ağız açık kalan tüplerin ortam ışığından etkilenecek şekilde çapaklanması dezavantajları arasındadır (Bağış ve Yamanel, 2000; Dayangaç, 2000; s.:17).

1.2.3.4. Lazer Işığı ile Polimerize Olan Kompozitler

Diş hekimliğinde argon lazer ilk olarak vital diş beyazlatmada kullanılmıştır ve Avrupa'da hala bu amaçla kullanılmaktadır (Cassoni ve Rodriguez, 2007). Argon lazer çok güçlü ışık salınımı yapabilmekte ve bu nedenle de dental restoratif materyallerde yüksek fiziksel özelliklerin sağlanmasında çok etkili olabilmektedir (Kelsey ve ark., 1989). Zakariasen (1993) çalışmasında, cihazın gücü sebebiyle lazer kullanıldığında daha kısa polimerizasyon işlemi sonucu tungsten halojen ışık cihazlarıyla polimerize edilen kompozitlere yakın özellikler gösterdiğini ortaya koymuşsa da Turbino ve ark. (2011) yaptıkları çalışmada bunun doğru olmadığı iddia etmişlerdir.

1.2.3.5. Hem Kimyasal Hem Işık İle Polimerize Olabilen Kompozitler (Dual-Cure)

Işıkla polimerize olan kompozitlerde polimerizasyon derinliği sorununun üstesinden gelmek için kimyasal yolla polimerize olan kompozitlerle, ışıkla polimerize olan kompozitler kombine edilmiştir. Bu dual-cure rezinler iki adet ışıkla polimerize olabilen kompozit hamurdan oluşmaktadır. Bunlardan biri BP diğeri ise tersiyer bir aromatik amin içermektedir. Bu iki bileşim karıştırılıp ışık uygulandığında; ışıkla polimerizasyon, amin ve CQ reaksiyonu ile gelişirken kimyasal sertleşme de amin ve BP etkileşimiyle gelişmektedir (Anusavice, 2003; p.: 413).

Bu tür rezinlerin polimerizasyonun tam olarak gerçekleşmesinden endişe edilen ortamlarda kullanılması önerilmektedir (Dayangaç, 2000; s.:19), bununla beraber akışkan özellikte olduklarından genellikle yapıştırma materyali olarak da kullanılmaktadırlar (Rawls ve Esquivel-Upshaw, 2003).

1.2.4. Kompozit Rezinlerin Viskozitelerine Göre Sınıflandırılması

- a- Kondanse olabilen kompozitler (Condensable composites) (Packable composites)
- b- Akışkan kompozitler (Flowable composites)
- c- Geleneksel kompozitler diye sınıflandırılırlar (Dayangaç, 2000; s.:19).

1.2.4.1 Kondanse Edilebilen Kompozit Rezinler

Son yıllarda inorganik doldurucu miktarı arttırılarak (hacimce %74) posterior dişlerde kullanımı önerilen kondanse edilebilen visküz kompozit rezinler üretimiştir (Dayangaç., 2000; s.:19).

Bu kompozitlerde yapışkanlık büyük ölçüde azaltılmış ve amalgamın kolay uygulanmasına yaklaşılmış olsa da, kullanılan hibrit kompozitlerden daha iyi özellikler ortaya koymamaktadırlar. Hatta yapılan çalışmalarda erken dönemde aşınma direncinin geleneksel kompozitler kadar iyi olmadığı görülmüştür (Allen ve ark., 2000).

1.2.4.2. Akıcı Kompozit Rezinler

Akıcı kompozitler tipik olarak doldurucu miktarının azaltılması ile ya da farklı yüzey aktif maddelerin, doldurucu miktarının azaltılması sonucu oluşabilecek mekanik özellik düşüşünün en aza indirilmesi ve polimerizasyon büzülmesinin artışının azaltılması amacıyla, kullanılması yoluyla viskozitesi düşürülmüş kompozit rezinlerdir (Bayne ve ark., 1998).

Akıcı kompozitler post-operatif hassasiyetin oluşmasını engellemesi ve dentine kompozitin adezyonunun tam olarak sağlanması amacıyla geleneksel kompozitlerin altına liner olarak sıklıkla kullanılmaktadırlar (Andersson ve ark., 2004).

Yakın zamanda adeziv monomerler içeren yeni akıcı kompozitler piyasaya sunulmuştur. Bu kompozitler geleneksel metakrilat sistemler baz alınarak tasarlanmış olup, içlerinde dentin bonding ajanlarda bulunan gliserolfosfat dimetakrilat gibi asidik monomerler bulunmaktadır. Bu akıcı kompozitlerin liner olarak ya da küçük kavitelere sahip restorasyonlarda kullanılmaları önerilmektedir (Ferracane, 2011).

1.3. Kompozit Rezinlerde Güncel Gelişmeler

Günümüzde geleneksel kompozitlerde gerek monomer gerekse doldurucular açısından birçok yenilik mevcuttur.

1.3.1. Nanokompozitler

Klasik rezin kompozitler, mikroskopik (1-5 μm) ve submikroskopik (0,4-0,8 μm) cam parçacıklarının harmanlanmasıyla meydana gelen hibrit tipler ve tipik olarak silika içeren (0,04-0,05 μm) çoğunlukla prepolimerize parçacıkların da bulunduğu mikrofil materyallerden oluşmaktadır (Jung ve ark., 2007).

Daha küçük boyutlarda parçacıkların üretilebilmesi üreticilerin materyale daha yüksek seviyelerde doldurucu yüklemelerine olanak tanımaktadır (Ferracane, 1995). Kompozit rezinlerde doldurucu açısından görülen en büyük yeniliklerden biri, nano boyutlardaki inorganik doldurucuların materyale katılmasıdır.

Nanoteknoloji terimi yıllar içinde gelişerek, mikroteknolojiden daha küçük boyutlarda olan fakat nano bileşenlerden oluşması gerekmeyen herşey anlamına gelmektedir. Bu terim aynı zamanda moleküler nanoteknoloji olarak da literatürlerde geçmektedir (Suzuki ve ark., 2009).

Nanoteknoloji kullanımı ile dental kompozitler; nanomer ve nano cluster içeren nanodolduruculu restoratif materyallerin ya da geleneksel cam doldurucuların arasına nanopartiküller yerleştirilerek nanohibrit restoratif materyallerin üretilmesi ile gerçekleştirilmektedir. Nanomerler; 25-75 nm boyutlarındaki tek tek partikülleri ifade eder (Mitra ve ark., 2003).

Nanokompozitler hibritlerin mekanik güçlülüğü (Mitra ve ark., 2003), mikrofillerinse iyi cilalanabilirlik özelliklerini taşımaktadır (Turssi ve ark., 2000). Diğer avantajları ise yüksek aşınma direnci (Yap ve ark., 2004; Turssi ve ark., 2005), gelişmiş optik nitelikleri (Mitra ve ark., 2003) ve düşük polimerizasyon büzülmesidir (Chen ve ark., 2006).

Nanomerler kompozit organik polimer matriksinde ayrı ayrı bulunurlar. Nanomerlerin yüzeylerinde, organik faz ile bağlantı gücünü arttırmak için ön hazırlık işlemleri yapılmaktadır.

Nanopartiküllü doldurucular geleneksel dolduruculardan daha küçük hacimli olduklarından, organik matriks ile temas eden yüzey alanı artmıştır. Bu durum organik-inorganik faz bağlantısının daha kuvvetli olmasına sebep olmaktadır (Ure ve Harris,2003).

Çoğu üretici mikrohibrit kompozitlerinin formülasyonunu daha çok nanoparçacık içerebilecek şekilde değiştirmekte ve içlerine mikrofil kompozitlerdekine benzer şekilde önceden polimerize edilmiş rezin doldurucular eklemektedirler, bu kompozitler nanohibrit kompozitler olarak adlandırılırlar (Ilie ve Hickel, 2009a). Nanohibrit ve mikrohibritler esneklik dayanımları ve katsayıları açısından birbirlerine benzemekle beraber mikrohibrit kompozitler bu konuda az farkla daha üstündürler, buna rağmen her iki tip kompozit de mikrofil kompozitlerden bu açıdan daha iyidirler (Ferracane, 2011).

Bir çalışmada mikrohibrit kompozitlere göre nanohibrit ya da nanokompozitlerin suda bekletilme karşısında stabiliteilerinin azaldığı görülmüşse de (Ilie ve Hickel, 2009b) bir başka çalışma tersi bir durumu ya da en azından bu duruma karşı hassasiyetlerinin iki kompozit çeşidi için de benzer olduğunu göstermiştir (Hahnel ve ark., 2010). Nanohibrit kompozitlerin bazı özelliklerinin daha düşük seviyede olmasının sebebinin önceden polimerize edilmiş rezin doldurucuların birleşmesindeki sorunların olabileceği belirtilmiştir (Blackham ve ark., 2009). Bu konuyla ilgili klinik çalışmalardaysa nanofil, nanohibrit ve mikrohibrit kompozitler karşılaştırıldıklarında benzer iyi sonuçlar elde edilmesine rağmen mikrohibrit kompozitlerin marjinal kapaticılık açısından az da olsa daha iyi örtücülük sağladıkları görülmüştür (Ernst ve ark., 2006; Kramer ve ark., 2009).

Kompozit rezinlere polimer nanofiberler, cam fiberler ve titanyum nanoparçacıklar konularak yapının güçlendirilmesi amaçlanmaktadır (Chen, 2010). Yine bir çalışmada silsesquioxane nanokompozitler, bir organik- inorganik hibrit molekül birleşimi, ortaya çıkarılmıştır; bununla polimerizasyon büzülmesi azalmış fakat bileşimin konsantrasyonu yüksek olduğunda mekanik özelliklerde düşüş görülmüştür (Soh ve ark., 2007).

1.3.2. Siloran Bazlı Kompozitler

Siloran bazlı rezinler 3M-ESPE tarafından yeni kompozit materyallerin üretiminde kullanılmak amacıyla geliştirilmiştir (Eick ve ark., 2007). Siloran terimi, yapısal eşleri hem siloksan hem de oksiran içeren hibrit monomer sistemlerini tanımlamak için kullanılmaktadır. Bu rezin çeşidi ve monomerlerinin bileşenleri oldukça biyouyumludur (Schmalz ve Schweikl, 2001). Sitotoksosite seviyeleri ise, Bis-GMA gibi metakrilat bazlı dental monomerlerle aynı ya da daha uygun seviyelerde seyretmektedir (Schweikl ve ark., 2004).

Siloranların polimerizasyon sistemleri metakrilatlardan farklılık göstermektedir. Siloran sisteminde metakrilatlardaki radikal polimerizasyon yerine katyonik halka açılmalı polimerizasyon görülmektedir. Bu sayede belirgin bir şekilde büzülme miktarında azalma ve strese düşüş gözlemlenmektedir (Ernst ve ark., 2004). Metakrilat sistemlerle karşılaştırıldığında siloran bazlı sistemlerin kenar uyumu ve mikrosızıntı yönlerinden daha üstün olduğu çalışmalarda gösterilmiştir (Thalacker ve ark., 2004; Palin ve ark., 2005; Thalacker ve ark., 2005).

Siloran bazlı sistemin ışık aktivasyonu metakrilat bazlı sistemlerden farklılık gösterir. Halka açılmalı polimerizasyonun başlaması için katyonik reaktif türlere ihtiyaç vardır. Bu da CQ, iyodonyum tuzu ve elektron vericisi ile sağlanır (Filtek™ Silorane, 2013).

1.4. Polimerizasyon

Polimer terimi birçok (poli) kısımdan oluşan parçalar (mer) anlamına gelmektedir. Polimerin yapıtaşına monomer denilmektedir. Eğer polimerler farklı monomerlerin biraraya gelmesiyle oluşmaktalar ise bu yapı kopolimer ismini almaktadır (Powers ve Sakaguchi, 2006). Polimerler birçok tekrarlayan ünitelerden oluşan büyük molekülleri içeren bir grup doğal ve sentetik materyallerden oluşurlar (Leinfelder ve Lemons, 1988).

Kimyasal yapıları aynı olan ve reaksiyon aktivitesi olan basit bir molekülün (monomer) kimyasal olarak tekrarlanabilir şekilde birbirine bağlanmasından meydana gelen büyük molekülü maddelere polimer bu sürece de polimerizasyon denir (McCabe, 1990; Philips, 1991; O'Brien, 2002).

Polimer molekülünün içeriğinde bulunan birbirine kovalent bağlarla bağlı çok sayıdaki monomerin molekül ağırlıklarının toplamı, polimerin molekül ağırlığını verir. Polimerler, binlerle, milyonlarla ifade edilen molekül ağırlıklarına sahip olabilirler. Polimerin moleküler ağırlık dağılımı, fiziksel özelliklerinde önemli rol oynar. Ortalama moleküler ağırlığı, monomer tipi ve konsantrasyonuna bağlı olsa da ısı, sertleşme zamanı gibi şartlara bağlı olarak da değişebilir. Monomer molekülünün kısa zincirli oluşu düşük dereceli polimerizasyonla sonuçlanıp rezini zayıflatırken, uzun zincirli oluşu da zayıflatıcı etki yapar. Eğer ortamda çapraz bağlı zincirler varsa kompozit rezinin direnci artar (Philips, 1991; Craig ve Powers, 2002; O'Brien, 2002).

Polimerizasyon işlemi farklı mekanizmalarla meydana gelir. Sentetik polimerler, monomerlerin katımalı polimerizasyon ve kondensasyon polimerizasyonu ile iki türlü reaksiyon sonucu elde edilirler (Philips, 1991; O'Brien, 2002; Taira ve ark., 1988).

1.4.1 Kondensasyon Polimerizasyonu

Basamaklı polimerizasyon olarak da bilinen kondensasyon polimerizasyonunu oluşturan tepkimeler iki veya daha fazla molekülün, basit bir yapı oluşturmak üzere, katıldığı herhangi bir kimyasal reaksiyon ile ilerleyebilmektedir. Primer bileşenlerin etkileşimi sonucunda çoğunlukla su, alkol, halojen asit ve amonyak gibi yan ürünler ortaya çıkmaktadır. Kondensasyon polimerizasyonunda bileşenler çift reaksiyonludur ve hepsi kendiliğinden aktif hale geçer ve reaksiyon yüksek molekül ağırlıklı bir polimer formuna ulaşana kadar bir seri reaksiyon şeklinde devam eder.

İki veya daha fazla fonksiyonel grubu bulunan moleküller, kondensasyon reaksiyonları ile bağlanarak daha büyük molekülleri oluştururlar (Rawls, 2003).

1.4.2 Katımlı Polimerizasyon

Bu tip polimerizasyonlarda zincir reaksiyonları ile monomerlerin doğrudan doğruya polimer moleküllerine girmeleri ile oluşur. Zincir taşıyıcı, bir iyon (anyon veya katyon) olabildiği gibi, çiftleşmemiş bir elektronu bulunan ve serbest radikal denilen etkin bir madde de olabilir. Serbest radikaller, genel olarak, katalizör ya da başlatıcı denilen ve bazı koşullarda kararsız maddelerin parçalanması ile oluşur (Baysal, 1981).

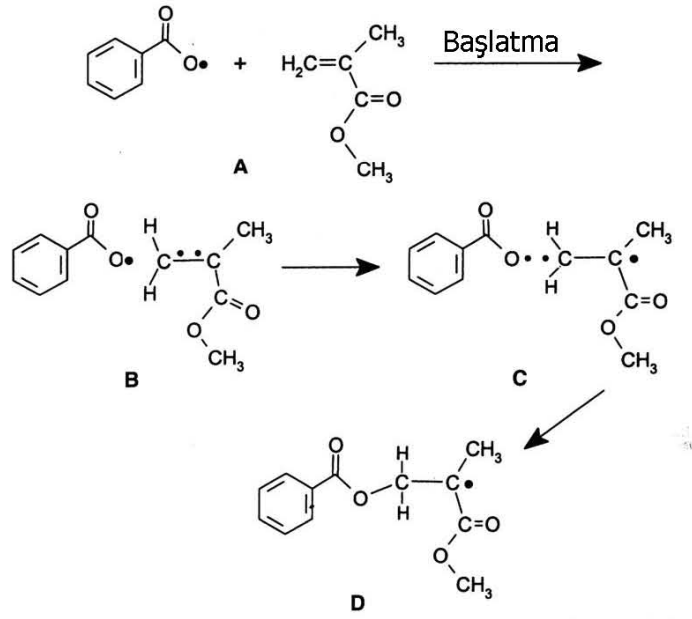
Diş hekimliği alanında daha çok katılma polimerizasyon tipine rastlanır. Katılma polimerizasyonu 3 şekilde olur; başlama reaksiyonu, büyüme reaksiyonu ve sonlanma reaksiyonu. Üç şekil tamamen monomer içerisindeki başlatıcıya bağlıdır. Polimerizasyon öncesinde ortama çok az miktarda eklenen veya ortamda bulunan başlatıcı (initiator) $1/10^6$ veya $1/10^4$ oranındadır. Başlatıcılar katyonik, anyonik ve radikalik olabilir. Çoğu başlatıcılar insan için toksik olduğundan diş hekimliğinde en sık başvuru polimerizasyon şekli radikalik polimerizasyondur. Radikalik polimerizasyonda kullanılan başlatıcı, önceleri ultraviyole ve daha sonraları ise 400 nm'den (nanometre) daha büyük dalga boylarına duyarlı görünür ışık kaynaklarıdır (Vanherle ve Smith, 1985; Taira ve ark., 1988; Philips, 1991).

Kondensasyon polimerizasyonu ile karşılaştırıldığı zaman, katımlı polimerizasyon sınırsız büyüklükte dev moleküller üretebilir. Katımlı polimerizasyon esnasında kompozisyonda bir değişiklik olmaz. Makromoleküller kompozisyonda değişiklik olmadan ufak ünitelerden ya da monomerlerden oluşurlar. Çünkü polimer ve monomer aynı ampirik formüle sahiptir. Bir başka deyişle monomerin yapısı polimerde defalarca tekrarlanmıştır (Rawls, 2003).

Katımlı Polimerizasyonun Basamakları

İndüksiyon: İndüksiyon safhasını kontrol eden iki süreç vardır: aktivasyon ve başlatma (Şekil 1.6). Katımlı polimerizasyonun başlaması için serbest radikal kaynağa ihtiyaç vardır ($R\bullet$). Serbest radikaller, radikal üreten moleküllerin aktivasyonu ile oluşturulabilirler.

Bu da ikinci bir kimyasal, ısı, görünür ışık, ultraviyole ışık ya da serbest radikal olarak bilinen başka bir bileşikten enerji transferiyle oluşturulabilir. Bu kimyasal ajanlardan dış hekimliğinde en sık kullanılanlar ısı ve ışıktır.



Şekil 1.6. Polimerizasyon reaksiyonu: Başlatma (Rawls, 2003).

Katımlı polimerizasyonun olabilmesi için gerekli öğelerden biri de doymamış gruptur. Bu grup bir çift bağıdır ve aynı zamanda serbest radikallerin de kaynağıdır. Teorik olarak $R\bullet$, herhangi bir serbest radikal olabilir. Bir serbest radikal, çiftleşmemiş elektrona (\bullet) sahip bir atom veya atomlar grubudur.

Çiftleşmemiş elektron, serbest radikale elektron çekme özelliği verir. Bir serbest radikal ve onun çiftleşmemiş elektronu, çift bağında yüksek elektron yoğunluğu olan bir monomere yaklaştığı zaman, bir elektron çekilir ve bu serbest radikalın elektronuyla bir bağ yapar. Çift bağın diğer tarafındaki elektronu çiftleşmemiş halde bırakır. Artık reaksiyon başlamıştır (initiation). Polimerizasyonu başlatmak için kullanılan ve serbest radikal oluşturan bu kimyasal, bir katalizör değildir. Ancak çoğu zaman katalizör olarak yanlış tanımlanmaktadır. Çünkü kendisi de yapı içine katılır ve son bileşiğin bir parçası olur.

Bu kimyasala, reaksiyonu başlattığı için başlatıcı (initiator) demek daha uygun olur. Diş hekimliğinde kullanılan poli (metil metakrilat) ve diğer metakrilat türlerinde polimerizasyonu başlatmak için farklı başlatıcılar kullanılmıştır. En sık kullanılan başlatıcı benzol peroksittir (BP). Bu kimyasal 50-100°C' de aktive olur ve iki tane serbest radikal oluşturmaktadır. İndüksiyon periyodunda başlatıcı moleküller, enerjili hale getirilip serbest radikallere bölünürler.

Daha sonra radikallerin monomer molekülleriyle reaksiyona girerek zincir büyümesini başlatmaktadırlar. Bu periyot monomerin saflığından oldukça etkilenmektedir.

Bu saflığı bozup serbest radikallerle reaksiyona girebilecek her madde, aktive olmuş başlatıcıları tüketerek periyodun uzamasına neden olur. Yine de yüksek sıcaklık, serbest radikallerin hızlı oluşmasına ve bunun sonucu olarak da daha kısa indüksiyon periyoduna neden olmaktadır (Rawls, 2003).

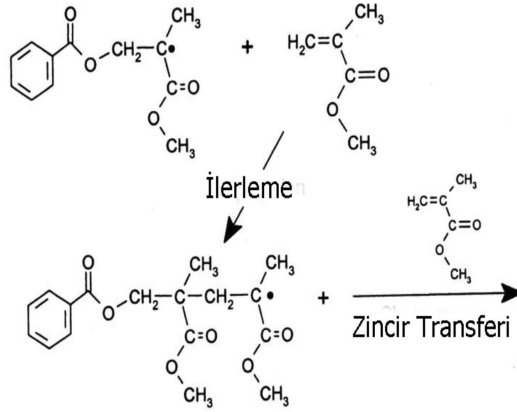
Protez kaidesi olarak kullanılan çoğu akrilikler ısı aktivasyonu ile polimerize edilmektedirler. İkinci bir indüksiyon sistemi de ağız ısısında gerçekleştirilen kimyasal aktivasyondur. Bu sistemler reaksiyona girecek en az iki maddeden oluşmaktadırlar. Bunlar karıştırıldığı zaman, kimyasal bir reaksiyonun sonucunda serbest radikaller meydana gelir. Bu sistemlere örnek tersiyer amin (aktivatör) ve benzol peroksit (başlatıcı) gösterilebilir. Bunlar polimerizasyonu başlatmak için karıştırılırlar. Bu materyallere oda sıcaklığında self-cure dental rezinler denilmektedir. Bu işlem, aslında özel bir çeşit ısı aktivasyonudur.

Çünkü aminin bulunması başlatıcının serbest radikal oluşturacak şekilde bölünmesini sağlayacak ısı miktarını oda sıcaklığı, ağız sıcaklığı gibi düşük ısılarla indirir (Rawls, 2003). Amin, benzoil peroksitle bir yapı oluşturur ve bu da serbest radikal oluşumu için gerekli ısı miktarını azaltır (Rawls, 2003).

Üçüncü bir indüksiyon sistemi de ışıkla aktive olan sistemdir. Bu sistemde ışık kaynağından çıkan fotonlar, başlatıcıyı aktive ederek serbest radikal oluşturur ve bu sayede polimerizasyon süreci başlamış olur. Bu sistem dış hekimliğine ilk sunulduğu zaman, ultraviyole ışık kullanılmaktaydı. Fakat ultraviyole ışığın, retinaya ve pigmente olmamış ağız dokularına yapacağı etkiyle ilgili kaygılar, sınırlı penetrasyon derinliği ve kaynağının zamanla duyarlılığını kaybetmesi görünür ışıkla aktive olabilen başlatıcıların geliştirilmesine önayak olmuştur. Görünür ışıkla polimerizasyonda, kamferokinon (CQ) ve (dimetil-aminoetilmetakrilat), mavi-mor aralığında ışık uygulandığı zaman serbest radikaller oluşturmaktadır. Bu reaksiyonu tetiklemek için 470 nm civarında dalga boyuna sahip ışık gerekmektedir. Normal sıcaklıklarda ve karanlık ortamda polimerizasyon olmayacağı için, bu kompozisyonlar tek parça halinde saklanabilmektedirler. Yine de ışık şiddeti, uygulama açısı ve uzaklık gibi değişkenler belirgin bir şekilde serbest radikal oluşumuna etki etmektedir. Bu nedenle sistem, teknik hassasiyet gerektirmektedir (Rawls,2003).

Propagation (ilerleme): Sonuçta oluşan serbest radikal-monomer kompleksi, daha sonra başka bir monomere yaklaşırken yeni bir radikal merkezi olarak davranır. Dimer molekülü oluşturarak serbest radikal haline gelir. Bu reaktif tür başarılı bir şekilde büyük sayıda etilen moleküllerini ilave eder ve böylece reaktif merkezin çoğalmasıyla polimerizasyon devam eder (Rawls, 2003).

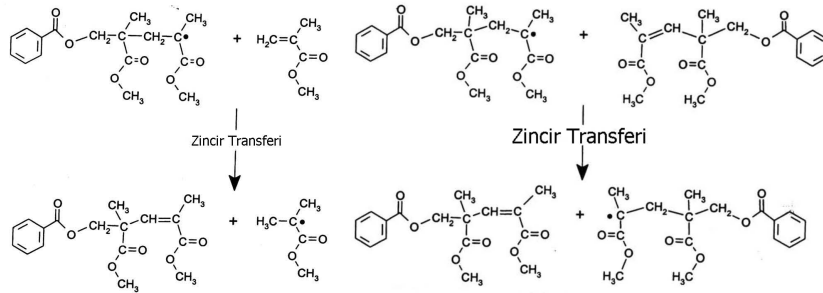
İlerleme reaksiyonlarında, zincir büyümesi başladığı zaman, ısının gelişmesiyle süreç devam etmekte ve saniyeler içinde geniş polimer molekülleri doğurmaktadır. Teorik olarak zincir reaksiyonu bütün monomerler, başlangıç ve bitiş arasında, polimere dönüşene kadar devam eder. Buna rağmen polimerizasyon reaksiyonu asla tam olarak tamamlanmaz (Şekil 1.7) (Rawls, 2003).



Şekil 1.7. Polimerizasyon reaksiyonu: İlerleme ve zincir transferi (Rawls, 2003).

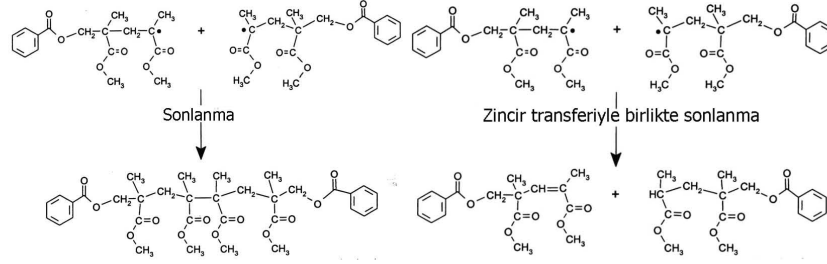
Polimer zincirinin büyümesi, reaktif merkezin potansiyel sonlanma reaksiyonlarından biriyle yok edilmesi ile sona erer. Tüm bu katımlı polimerizasyon işlemi, bir seri zincirleme reaksiyonla özetlenebilir. Bu işlem, çok hızlı bir şekilde ve neredeyse aniden oluşur. Bu reaksiyonlar egzotermiktir ve kabul edilebilir bir ısı açığa çıkar (Rawls, 2003).

Zincir transferi: Bu işlemde büyüyen çemberin aktif radikali bir başka moleküle transfer olmakta (Bir monomere ya da inaktive olmuş bir polimer zincirine) (Şekil 1.8) ve böylece daha sonraki büyüme için yeni bir radikal yaratılmış olunur. Örnek olarak bir monomer molekülü, büyüyen bir makromolekül tarafından aktive edilebilir, böyle bir durumda sonlanma reaksiyonu (termination) makromolekülde oluşmaktadır. Bu durum sonucunda büyüme için yeni bir çekirdek oluşur. Aynı mekanizmayla daha önceden polimerizasyon reaksiyonu yok edilmiş bir zincir, tekrar aktive edilebilir ve büyümeye devam edebilir. Bu işlemler birazdan anlatılacak olan sonlanma reaksiyonlarından farklılık göstermektedir (Rawls, 2003).



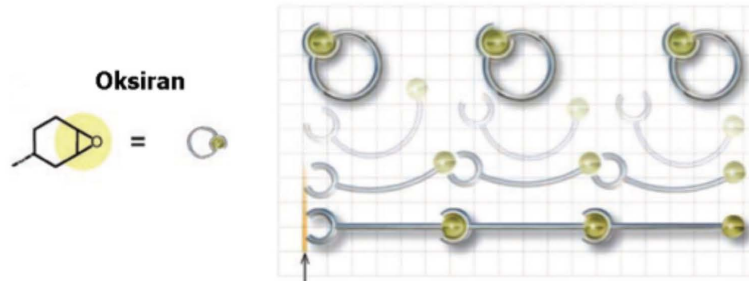
Şekil 1.8. Polimerizasyon reaksiyonu: Zincir transferi (Rawls, 2003).

Sonlanma (termination): Zincir sonlanması her ne kadar zincir transferinin bir sonucu olarak gerçekleşebilmekteyse de, katımlı polimerizasyon reaksiyonları genellikle iki serbest radikal zincirinin direk bağlanması ya da büyüyen bir zincirden diğerine hidrojen atomunun değişimi yolu ile sona ermektedir (Şekil 1.9) (Rawls, 2003).



Şekil 1.9. Polimerizasyon reaksiyonu: Sonlanma (Rawls, 2003).

Halka-açılımlı polimerizasyon: Diş hekimliğinde kullanılan yeni monomerlerden biri olan siloran katyonik halka-açılımlı polimerizasyon reaksiyonu ile dönüşümünü tamamlamaktadır (Şekil 1.10). Katyonik polimerizasyon, bir katyonik asidin oksiran halkasını açarak yeni bir asidik merkez, bir karbokasyon oluşturmasıyla başlamaktadır. Oksiran monomerinin eklenmesinden sonra epoksi halka bir zincir oluşturmak üzere açılır, eğer iki veya daha çok multifonksiyonlu monomer varsa bir ağ oluşur. Metakrilat ve siloran monomerlerinin polimerizasyonu arasındaki en büyük fark; metakrilatlarda ara ürün olarak radikaller kullanılırken, oksiranlarda polimerizasyonun katyonik ara ürünler yardımıyla meydana gelmesidir (Weinmann ve ark., 2005).



Şekil 1.10. Katyonik halka açılımlı polimerizasyon reaksiyonu (Filtek™ Silorane, 2013).

1.4.3 Dönüşüm Derecesi (Degree of Conversion)

Dönüşüm derecesi (DC), karbon-karbon çifte bağlarının, polimerik bir rezin oluşturmak üzere tek bağına dönüşme oranının hesaplanmasıdır. Monomerlerin DC'si materyalin fiziksel özelliğini etkilediği gibi biyoyumluluğunu da etkilemektedir, DC'nin düşük olması polimerleşmemiş artık monomer miktarı ve katkı maddelerinin, yapıda fazla miktarda bulunmasına sebebiyet vermektedir (Daronch ve ark., 2005). Yüksek DC rezinin, daha güçlü, aşınmaya daha dayanıklı ve yüksek performans göstermesine olanak sağlar. Monomerin polimere dönüşmesi birçok faktöre bağlıdır. Bunlar; rezinin kompozisyonu, ışık geçirgenliği, kullanılan ışık kaynağı, güç yoğunluğu, dalga boyu, ışığın uygulanma süresi, ışık ucunun boyutu, foto-aktivasyon şekli, inorganik doldurucuların dağılımı ve niceliği, foto-başlatıcının tipi ve niceliği, renk, aktivatör ve inhibitör konsantrasyonudur (Rastelli ve ark., 2008).

Bis-GMA bazlı bir kompozitte %50-60 arasındaki bir dönüşüm, yüksek derecede çapraz bağ oluşturur ve %50-60 oranında metakrilat grubunun polimerize olduğunu gösterir. Yine de bu, %39-50 oranında monomer molekülünün rezin içinde kaldığını göstermez. Çünkü dimetakrilat molekülünün başında ve sonunda bulunan C=C (karbon çift bağları)'dan bir tanesi zincire bağlanırken diğeri bağlanmadan (pendant) kalabilir. Kimyasal ve ışıkla aktive olan kompozitler arasında aynı monomer ve yeterli ışık kullanıldığında toplam DC miktarı açısından bir fark gözlenmemektedir. İki sistem için de oda sıcaklığında %50-70 oranında dönüşüm görülmektedir (Rawls, 2003).

1.4.4. Polimerizasyon Derinliği (Depth of Cure)

Polimerizasyon derinliği (DOC), rezin bazlı bir kompozitin uygun olarak polimerize olabildiği miktarının kalınlığını belirtmektedir. DOC, ışık absorpsiyonu ve materyalden ışığın saçılması sebebiyle sınırlanmaktadır (Rawls, 2003).

Bunlara etki eden faktörler ise; doldurucuların tipi, şekli ve miktarı, kompozitin rengi, foto başlatıcı tipi ve konsantrasyonu, kırılma katsayısı uyumsuzluğu, ışık cihazı ve ışığın uygulanma süresidir (Moore ve ark., 2008; Shortall ve ark., 2008). Bu etkenler kompozit rezinlerin polimerizasyon derecelerinin 2-3mm'den daha büyük derinliklerde kabul edilemeyeceği seviyelere düşmesine sebebiyet vermektedir. Bu nedenle rezin kompozitlerin polimerizasyonunda, spesifik bir ışık yoğunluğunun ve ışık uygulama süresinin önemi büyüktür (Rawls, 2003).

1.5. Görünür Işık Polimerizasyon Cihazları

1.5.1. Kuartz Tungsten Halojen Işık Cihazları

Halojen ışık cihazları kliniklerde yaygın olarak kullanılan polimerizasyon araçlarından biridir. Bu cihazların içerisinde tungsten bir filament vardır. Bu filamentin akkor hale gelmesiyle ışık üretilir. Üretilen ışığın spektrumu geniştir ve yüksek ısı oluşturur.

Bu nedenle belirli dalga boyundaki ışığı elde edebilmek için filtreleme yapılmalıdır ve yükselen ısının da bir fan yardımıyla düşürülmesi gerekmektedir. Aynı cihazda ışığın çıkış gücü ve süresi ayarlanabilmektedir. Halojen ışık cihazlarının gücü 400 mW/cm²'den 1000 mW/cm²'ye kadar değişebilir. Filtrelenmiş ışık, uygun bir alet (ışık ucu) yardımıyla uygulama bölgesine aktarılır. Bu ışık rehberi rijit (plastik veya cam) veya fleksibil (fiber optik; sıvı transmisyonu şeklinde) olabilir (Hackman ve ark., 2002; Mills ve ark., 2002a; Uhl ve ark., 2002; Yoon ve ark., 2002; Kauppi ve Combe, 2003).

Halojen ışık cihazlarının dezavantajları arasında 100 saatlik düşük ampül ömürleri, ışık filtresinin ve reflektörünün zamanla eskimesi, kullanımları sırasında oluşan yüksek ısı sayılabilir (Martin, 1998; Pilo ve ark., 1999).

1.5.2. LED Işık Cihazları

LED (light emitting diode-ışık yayan diyotlar) halojen ışık cihazlarına alternatif olarak geliştirilen bir ışık kaynağıdır (Jandt ve ark., 2000; Kurachi ve ark., 2001). LED'ler kuantum mekaniği etkisiyle görülebilir mavi ışık yayan cihazlardır.

Halojen ampullerin yaklaşık 50-100 saat, plazma ark lambaların 500-5000 saat gibi sınırlı ömürlerine karşılık; LED ışık cihazlarının ömrü yaklaşık 10000 saattir. Yapılarında halojen ampullerde kullanılan sıcak filamanların yerine; elektronların birinden diğerine geçişini sağlayan iki ayrı yarı iletken bağlantı (p-n bağlantıları) taşır. Ortama elektrik verildiğinde, elektronlar ve boşluklar p-n bağlantısı yönünde tekrar birleşirler ve LED lambadan belirli bir dalga boyu aralığında ışık yayılır (Jandt ve ark., 2000; Craig ve Powers, 2002; Hofmann ve ark., 2002; Teshima ve ark., 2003). LED ışık cihazlarının temel özelliği 400-500 nm dalga boyu aralığında, sadece görülebilir ışık üretmeleridir. Etkin spektrumları ise 450-490 nm dalga boyudur (Stahl ve ark., 2000; Kurachi ve ark., 2001; Mills ve ark., 2002b).

LED ışık cihazları, optimum dalga boyunda ışık verdiklerinden halojen ve plazma ark ışık cihazlarındaki gibi üretilen ışığın filtre edilmesine gerek yoktur. Bu nedenle elde edilen enerjinin neredeyse tamamı polimerizasyon işlemi için kullanılabilir (Jandt ve ark., 2000; Mills ve ark., 2000a; Uhl ve ark., 2002).

Spektral çıkışları kamferokinonun absorpsiyon spektrumuna uygun düştüğü için, özellikle fotobaşlatıcı olan kamferokinon içeren kompozit rezinler üzerine etkili olan LED ışık kaynaklarının diğer ışık cihazlarından farkı, sadece belirli dalga boyunda görülebilir ışık üretmeleridir. Bu nedenle de kullanılacakları zaman polimerize edilecek restoratif materyalin yapısı iyi bilinmelidir (Vandewalle ve ark., 2004). Üretilen ışığın %95'i polimerizasyon için yeterlidir. Bu yüzden bu cihazların elektrik enerjisi tüketimleri daha azdır (Jandt ve ark., 2000). LED ışık kaynakları geleneksel veya soft start gibi çeşitli polimerizasyon yöntemlerini sağlarlar, spektral dağılım ve ışık yoğunluğu açısından programlanabilir özelliktedirler (Roulet ve ark., 2001).

1.5.3. Plazma Ark (PAC) Işık Cihazlar

PAC lambaları xenon gazını iyonize ederek bir plazma oluşturur. Yüksek yoğunluktaki beyaz ışık filtre edilerek ısı uzaklaştırılır ve 400-500 nm arasındaki mavi ışığın salınımı sağlanır. En büyük avantajı 1000 mW/cm^2 den yüksek enerjisi sayesinde uygulama süresinin kısaltılmış olmasıdır. Fiyatının pahalı olması ise en büyük dezavantajdır (Sharkey ve ark., 2001; Rawls ve Esquivel-Upshaw, 2003).

1.5.4. Argon Lazer Işık Cihazları

Argon lazer ışık cihazları yaklaşık 490 nm dalga boyunda, tek dalga genişliğinde çok yüksek yoğunlukta ışık verir. 400-500 nm dalga boyu aralığında ışık spektrumuna ihtiyaç duyan kompozit rezin ve adeziv materyallerin polimerizasyonunda, 488-514 nm dalga boyunda emisyon gösteren Argon lazerler kullanılabilir (Burtscher, 1991). Halojen ışık cihazlarıyla karşılaştırıldığında argon lazer cihazlarının, daha hızlı, daha yüksek polimerizasyon derecesi ve daha derin polimerizasyon sağladığı gösterilmiştir (Tarle ve ark., 1998). Teknolojisinin karışık, enerji dönüşümü sırasında enerji kaybının çok olması ve pahalı olmaları nedeniyle klinisyenlerin çoğu, lazerleri restoratif materyallerin polimerizasyonu için pratik bulmamaktadırlar (Caughman ve Rueggeberg, 2002).

1.6. Polimerizasyon Dönüşüm Derecesinin Belirlenmesinde Kullanılan Aletler

1.6.1. Fourier Transform Infrared Spektroskopisi (FTIR)

IR spektroskopisi gaz, sıvı ya da katı formlarda bulunan materyallerin incelenmesi için yaygın olarak kullanılan bir alettir. Çalışma prensibi, materyali oluşturan atomlar arasındaki kimyasal bağların doğal titreşimleriyle elektromanyetik ışınım arasındaki etkileşime dayanmaktadır.

Bir molekülün içerisindeki olası tüm titreşimlerin absorpsiyon bantları, infrared (IR) alanda sonlanmak durumunda değildir. Bir materyalin ışınımı infrared alanda absorbe etmesi için 2 koşul yerine getirilmiş olmalıdır; moleküler titreşim ve IR ışınımın örtüşmesi (rezonans) ile titreşim sırasında doğal vibrasyonun dipol momentinde değişime sebep olması gerçekleştirilmelidir (Moraes ve ark., 2008). Her kimyasal bağın titreşim frekansı, o bağın sertliği ile bağın her iki ucundaki atomların kütlelerine bağlıdır. İki tip moleküler titreşim vardır: bunlardan bir tanesi bağın uzunluğunu değiştirirken diğeri bağ açısını değiştirmektedir (Moraes ve ark., 2008).

Absorpsiyon bantlarının spektrumdaki pozisyonu dalgaboyu (λ) ile belirtilir. IR alanında en sık kullanılan birim dalga numarasıdır. Dalga numarası cm^{-1} ile ifade edilmektedir çünkü enerji (E) ve ışınımın frekansı ($\bar{\nu}$) ile arasında direkt bir oran vardır. h Planck sabitini c ise vakumlu tüp içerisindeki ışığın hızını temsil etmektedir. Formüle göre:

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda} = hc\bar{\nu}$$

IR spektroskopisi bağ tayini yapmaya yarayan bir analiz türüdür. Numune karakterizasyonu için kızıl ötesi ışın kullanılmaktadır. Kızıl ötesi ışık yayan kaynaktan numuneye ışın yollar. Kızıl ötesi ışınların bir kısmı numune tarafından soğurulurken bir kısmı geçirilir. Analizler hem geçirilen hem de soğurulan ışınlarla göre yapılabilir ve buna göre dedektörden okunur. Dedektörden alınan veriler kolay yorumlanamadığından grafiğe dökülmesi zordur bu nedenle Fourier çevrimi kullanılır.

Fransız matematikçi Sean Fourier'ın (1786-1830) geliştirdiği ve Fourier transformasyonu (dönüşüm) olarak adlandırılan bir matematiksel işleme göre, bir dalga hareketi basit sinus veya kosinüslü ifadelerin toplamı ile tanımlanabilir.

IR analizlerinde, örneklerin hazırlanması sırasındaki ve ışını geçirmeyen opak örneklerin incelenmesindeki zorluklar, Attenuated Total Reflectance (ATR) aksesuarlarının kullanılmaya başlanması ile ortadan kalkmıştır (Schimid ve Flemming, 1998). ATR-FTIR spektrometresi infrared radyasyon kullanan en güçlü materyal tanımlama IR sistemlerindedir (Vigano ve ark., 2005).

Çok hızlı ve aynı zamanda çok az miktarda örnek kullanımı gibi avantajlara sahiptir (Goormaghtigh ve ark., 1999). ATR spektrometresinin temeli total iç yansıma prensibine dayanır (Thongnopkun ve Ekgasit, 2005). ATR-IR'de IR ışın özel bir kristalden geçer ve kristal içinde bir yansımaya neden olur. Yansıma sonucunda kristalin sadece mikronlar düzeyinde üzerinde bir elektromanyetik bir dalga sistemi oluşur.

ATR kristali ile sıkı sıkıya kontakta olan örnek bu ışınma dalgası üzerinde absorpsiyonlar meydana getirir, absorbe edilen enerji miktarı dedektör tarafından belirlenir, bu da o materyal için spesifik absorpsiyon spektrumunu ortaya çıkarır (Thongnopkun ve Ekgasit, 2006). Örneklerin spektral analizlerinde hassasiyetin artırılması için 10-25 kere ölçüm alınır (Schmitt ve Flemming, 1998).

ATR kristali olarak seçilen malzemenin infrared ışını yansıtma özelliklerinden dolayı, ölçüm alınan örnek içerisine penetrasyon derinlikleri değişebilir (Goormaghtigh ve ark., 1999).

Ghauch ve ark. (2006) moleküler kimliklendirme yapmak için FTIR-ATR cihazının etkinliğini değerlendirdikleri çalışmalarında, bu test yönteminin ölçüm hassasiyeti, tekrarlanabilir olması, örnek hazırlama zorluklarının olmaması gibi nedenlerle tatmin edici bir yöntem olduğunu bildirmişlerdir.

Orefice ve ark. (2003) kompozit materyallerin polimerizasyon kinetiğini incelemek amacı ile FTIR-ATR ölçüm yöntemini kullanmışlar ve bu yöntemin polimerizasyon sırasında oluşan değişimleri görüntüleyebilmek için en iyi yollardan biri olduğunu belirtmişlerdir. Ölçüm sırasında ATR kristali ile kontakta olan ve ölçüm alınan bölgenin oksijenle bağının kesilmesinin bu yöntemin en önemli özelliklerinden olduğu vurgulanmıştır.

Scherzer ve Decker (1999) FTIR-ATR tekniğinin monomer değişim seviyelerinin tespitinde ışık gücünün, foto başlatıcı konsantrasyonunun ve kalınlığın etkisini göstermekte diğer yöntemlere göre daha başarılı bir teknik olduğunu bildirmişlerdir.

Wendl ve ark. (2004) yaptıkları çalışmada kompozit materyallerin polimerizasyon sırasında ve sonrasında monomer değişimlerini ince film yöntemi ve FTIR-ATR yöntemleri ile belirlemişlerdir. Bu çalışmada özellikle 1620-1640 cm^{-1} dalga boylarındaki absorpsiyon spektrumlarının belirlenmesinde FTIR-ATR yönteminin çok daha başarılı sonuç verdiğini ortaya koymuşlardır.

IR ölçümlerinde materyal kimliklendirilmesinde, bilinmeyen IR absorpsiyon spektrumu bilgisayar datalarındaki standart spektrumlarla veya bilinen bir materyalinkiyle kıyaslanıp analiz edilen materyal tanımlanır.

Örneklerin içindeki polimer ve diğer organik içerikler belirlenir. IR spektrumun karakteristik spektrum dalgasının altında kalan kısımdan bileşiğin sayısal konsantrasyonu belirlenir (Wendl ve Drosche, 2004).

Kompozit materyellerde alınan IR analizlerinde özellikle iki absorpsiyon bandı dikkati çeker. Bunlar 1638 cm^{-1} dalga boyundaki metakrilat gruplarına ait çift karbon grupları ve 1608 cm^{-1} dalga boyundaki aromatik gruplardır. Siloran bazlı kompozitlerde ise C-O-C bağı gösteren 883 cm^{-1} ve internal standart bant olan 1257 cm^{-1} dalga boyu değerlendirilmede kullanılır. Polimerize edilmemiş örneklerden alınan analizden sonra polimerizasyona maruz bırakılan aynı örneklerdeki bu bantlardaki absorpsiyon değerleri kaydedilip formülize edilerek kompozitin IR uygulanan bölgesi için monomer dönüşüm derecesi belirlenir (Witzela ve ark., 2005).

Polimerizasyon derecesi = $100 - \{(bc/ad) \times 100\}$ formülü ile hesaplanır.

Bu formülde ;

a: Polimerize olmuş metakrilat bazlı örneklerde C=C gruplarının 1638 cm^{-1} deki absorpsiyon değerleri,

b: Polimerize olmuş metakrilat bazlı örneklerde aromatik grupların 1608 cm^{-1} absorpsiyon değerleri,

c: C=C polimerize olmamış metakrilat bazlı örneklerin 1637 cm^{-1} deki absorpsiyon değerleri,

d: Polimerize olmamış metakrilat bazlı örneklerdeki aromatik grupların 1608 cm^{-1} absorpsiyon değerlerini belirtir (Nomoto ve ark., 1994).

1.6.2. Mikro Sertlik Testleri

Sertlik en basit olarak sabit bir yüzeyin çizilme ya da batma işlemlerine karşı gösterdiği direnç olarak tanımlanabilir. Bununla birlikte sertlik, bir materyalin plastik deformasyona gösterdiği direnci belirlemede kullanılır ve birim yüzey başına belli miktar kuvvet uygulanarak oluşan çentikle ölçülür. Bu tanım sertliğin diş hekimliğinde neden çok önemli bir özellik olduğunu da göstermektedir. Sertlik bir yapının bitim yüzeyi ve kullanım sırasındaki çizilebilirliğini belirlemektedir.

Bitim ve cila işlemi kompozit rezinlerde estetik sebeplerle önemli olduğu gibi materyalin çizilebilir olması yorulma stresi ve erken başarısızlık gibi olguların gerçekleşmesinde etkilidir (Condon ve Ferracane, 1997). Kompozit rezinlerin sertliği materyalin çekme kuvvetiyle bağlantılı olmakla beraber aşınma direnci ve sürekliliğine de etki etmektedir (Yoldas ve ark., 2004).

Monte Alto ve ark. (2006) kompozit materyallerin farklı ışıklı cihazlarla polimerizasyon derinliklerini inceledikleri çalışmalarında, yöntem olarak sertlik testlerini kullanmışlardır. Sertlik testlerinde kompozit bloğun farklı derinliklerdeki sertlik değerlerinin en üst tabakaya olan oranlarından yola çıkarak elde edilen yüzdesel değerleri ve derinlik arttıkça meydana gelen azalmayı karşılaştırmışlardır.

Price ve ark. ise (2003) çalışmalarında, kompozitlerin mikro sertlik testleri ile sertleşme derinliğinin hesaplanması yönteminde, alt tabakadan alınan değerlerin üst tabakaya oranının hesaplanmasından sonra, farklı örneklerle karşılaştırılırken üst tabakaların sertlik değerlerinden kaynaklanacak oransal sapmalara dikkat edilmesi gerektiğini bildirmişlerdir. Üst tabakanın yetersiz polimerize olmasına bağlı olarak gelişen yüksek alt/üst mikro sertlik değerinin yeterli polimerizasyon derecesinin sağlandığı anlamına gelmediğini belirtmişlerdir.

Obici ve ark. (2005) kompozit materyalin monomer deęişim miktarı ve mikro sertlik sonuçlarını deęerlendirdikleri alıřmalarında, farklı ışık kaynakları kullanıldığında monomer deęişiminde bir fark görmezken, mikro sertlik deęerlerinin bu durumdan etkilendięini tespit etmişlerdir. Arařtırıcılar bu duruma dikkat ekerken, mikro sertlik testlerinin her kořulda polimerizasyon derecesini yansıtamayacaęını vurgulamıştır.


Mikro sertlik testi, bir materyalin sertlięini mikroskobik ölekte belirleyen ve materyalin üzerine baskı uygulayarak yapılan bir metottur. Hassas bir elmas uç, 15'den 1000 grama kadar deęişen kuvvetlerle materyale uygulanır ve bu ucun penetrasyon derinlięi mikroskobik olarak ölülerek, özel bir hesaplama yöntemi ile sertlik deęeri bulunur (Park ve ark., 2002).

Restoratif materyallerin sertlięinin test edilmesinde en ok kullanılan yöntemler Vickers, Brinell, Knoop, Rockwell ve Barcol sertlik cihazlarıdır. Bu testlerin herbiri birbirinden minör farklarla ayrılır ve belirli avantaj ve dezavantajları vardır. Yöntemlerin hepsi küçük simetrik olarak oluşturulmuş entik açıcı bir cisim yardımı ile test edilen materyalin yüzeyinde delik açarak sonuç verirler (izelge 1.1). eřitli sertlik testleri birbirlerinden entik açıcı cismin řekli, geometrisi ve yüklenen kuvvet açısından ayrılırlar. entik açıcı cisim metalden, tungsten karbitten veya elmastan yapılabilir ve küre, koni, piramit ya da ięne řeklinde olabilmektedirler.

Kuvvet miktarı genelde 0.5 N'dan 30 kN'ye kadar deęişebilmektedir. Hangi sertlik testinin seileceęi kullanılacak materyalin tipi, yüzey sertlik aralıęı ve istenilen lokasyonun derecesine göre seilmelidir.

Bir sertlik testinin genel prosedürü; belirlenen miktarda yükün entik açıcı cisim yardımıyla materyalin yüzeyine uygulanmasını takiben oluşan girinitinin derinlięi, alanı ve geniřlięinin mikroskop altında ölülmesi ve sonrasında tablo haline getirilmiş sertlik deęerlerine baędařtırılması řeklinde olmaktadır (Powers ve Sakaguchi, 2006; s.: 79).

Çizelge 1.1. Sertlik ölçüm testleri (Anusavice, 2003).

Test	Uç	İz şekilleri	Ölçüm	Sonuç birimi
Brinell	Küresel çelik uç		İz alanı	BHN
Knoop	Elmas uç		İz alanı	KHN
Rockwell	Küresel çelik uç		İz derinliği	Rockwell
Vickers	Elmas uç		İz alanı	VHN

1.6.2.1 Brinell Sertlik Cihazı

Brinell sertlik cihazı diş hekimliğinde metal ve alaşımların test edilmesinde kullanılan en eski yöntemlerden biridir. Bu test, metal veya tungsten karbitten yapılmış olan genelde 1.6 mm çapında küçük bir top şeklinde çentik açıcı cismin 123 N'luk yük kullanılarak materyale uygulanmasıyla yapılmaktadır.

Materyalin yüzeyinde oluşan şekil ölçülüp bilgisayar yardımı ile Brinell sertlik numarası bulunur (Powers ve Saaguchi, 2006; s.:81). Bu test, yüzeyde oluşan şekil geniş olduğu için, materyalin ortalama bir sertlik değeri ölçülmek istendiği durumlar için uygun, lokalize değerlerin ölçülmesinde ise zayıf kalmaktadır (Thomaidis ve ark., 2013).

1.6.2.2. Knoop Sertlik Cihazı

Knoop sertlik cihazı bir mikro-çentik açma yöntemi ihtiyacını karşılamak için geliştirilmiştir. Bu test ince plastik ya da metal yaprakların veya 35N ve üzeri yüklerin uygulanamadığı kırılğan materyallerin sertliğini ölçmek için oldukça uygundur. Piramit şeklinde dikkatlice hazırlanmış bir elmas çentik açıcı yardımı ile yüzey üzerinde şekil oluşturulmaktadır. Bu testte farklı yükler materyale uygulanabilmektedir. Testin avantajı geniş aralıktaki sertlik değerlerinin, basitçe uygulanan yükün değiştirilebilir olması nedeniyle, ölçülebilmesidir.

Dezavantajı ise test edilecek materyalin yüzeyin cilalı ve düz olması gerekmesi ile uygulama süresinin fazlalığıdır (Powers ve Sakaguchi, 2006; s.:81). Ayrıca Vickers testine göre oluşan şeklin daha az simetrik olması ölçümleri zorlaştırmaktadır (Giannakopoulos ve Zisis, 2011).

1.6.2.3. Vickers Sertlik Cihazı

Vickers sertlik cihazında kullanılan çentik açıcı cisim 136-derecelik noktasal açığa sahip kare bazlı bir elmadır. Bu yöntem farklı sertlikteki materyallerin test edilmesine olanak sağlamaktadır.

Vickers, Knoop ve Brinell benzer yollarla çalışmakta olsa da dereceli çentik açıcı cisim belirli bir noktaya yükleme yapılmasını mümkün kılmaktadır. Vickers testi özellikle küçük alanların veya çok sert materyallerin sertliğinin ölçülmesinde kullanılmaktadır (Powers ve Sakaguchi, 2006; s.:82).

1.6.2.4. Rockwell Sertlik Testi

Rockwell testi sertlik belirlenmesinin hızlı bir şekilde yapılması için tasarlanmıştır. Bir top ya da koni şeklinde metal bir çentik açıcı kullanılır ve bunun yüzey üzerinde oluşturduğu iz hassas bir çap mikrometresi ile ölçülür. Bu yöntem diş hekimliğinde kullanılan plastikleri test etmek için kullanılmaktadır. Avantajı viskoelastik materyallerin sertliğinin ölçülmesini mümkün kılması ve direkt sonuç vermesidir. Dezavantajı ise işlemden önce ekstra yükleme yapılmasının gerekmesi, bunun da uygulamanın süresini uzatması ve oluşan şeklin çok çabuk yok olabilmesidir (Powers ve Sakaguchi, 2006).

1.6.2.5. Barcol Sertlik Testi

Barcol sertlik cihazı keskin çelik bir noktanın yaylı yük altında test edilen materyalin yüzeyinde oluşturduğu çentiğin ölçülmesi esası ile çalışmaktadır. Örnek cihazın çentik açıcı cisminin altına konulur ve standart bir basınç kadrandaki değer maksimuma ulaşana kadar uygulanır. Barcol sertlik cihazı kompozitlerdeki polimerleşme miktarını izleme imkanı vermekle beraber bu materyallerin farklı çevresel koşullarda sertliklerindeki değişimleri de belirlemede kullanılabilirler (Mante ve ark., 2010).

1.6.3. Differansiyel Termogravimetrik Analiz (DTA-TG)

DTG termal analizler arasında en basit fakat en temel yöntemlerden biridir. DTG materyallerin fiziksel ve kimyasal özelliklerindeki değişimin artan sıcaklığın bir fonksiyonu olarak (sabit bir ısı derecesinde) ya da zamanın bir fonksiyonu olarak (sabit sıcaklık veya sabit kütle kaybı) ölçülmesi yolunu kullanan bir termal analiz yöntemidir. Bu analiz yöntemi yüksek bir hassasiyetle kütle kaybı, sıcaklık değeri ve sıcaklıktaki değişimleri ölçmeyi esas alır. Sonuçta elde edilecek sıcaklık kütle eğrilerine termogram veya termal bozunma eğrileri denilmektedir.

DTG buharlaşma, süblimasyon, emilim, bağlanma ve yüzeysel salınım benzeri ikinci dereceden faz geçişleri gibi fiziksel olaylar hakkında bilgi verebilmektedir. Ayrıca kimyasal tutunma, dehidrasyon, dekompozisyon ve katı-gaz reaksiyonları gibi kimyasal olaylarla ilgili de ölçüm yapabilme olanağı sağlamaktadır (Coats ve Redfern, 1963).

DTG ile yapılan ölçüm; örnek kompozisyonundaki değişimler, materyalin saflığı, termal stabilite ve örnekte oluşan kimyasal değişimlerin kinetik parametreleri hakkında bilgi verebilmektedir (Coats ve Redfern, 1963). DTG test cihazı hassas bir denge ile tutturulmuş bir tava (örnek buraya konur) ve bunun içinde olduğu programlanabilir bir fırından oluşmaktadır. Bu fırın sabit bir ısı değerine ya da sabit kütle kaybına sebep olabilmesi için artan ısı değerlerine göre ayarlanabilmektedir.

Başka bir bölmede referans bir örnek de bulunabilmektedir. Örnek çemberindeki atmosfer, oksidasyon veya diğer istenmeyen reaksiyonların engellenmesi amacıyla, eylemsiz bir gazla temizlenebilmektedir. Daha küçük kütlelere sahip örneklerin test edilebilmesi amacıyla kuartz kristal bir terazi de kullanılabilir (Coats ve Redfern, 1963).

Termogravimetri cihazında kullanılan fırınların sıcaklık aralıkları genellikle oda sıcaklığı ile 1500°C arasındadır. Isıtma veya soğutma hızları ise 200°C/dak'ya kadar çıkabilmektedir. Fakat genellikle 5-25°C/dak'lık ısıtma hızları kullanılır. Teraziyi fırın ısısından korumak için fırın yalıtılır ve dışında bir soğutma sistemi bulunur (Yorulmaz, 2005).

1.7. Amaç

Dental kompozitler günümüzde en çok tercih edilen restoratif materyallerden biri olmasına karşılık çeşitli özellikleri halen tartışma konusudur. Kompozitlerin polimerizasyondaki dönüşüm derecesi ise bu klinik özellikleri en çok etkileyen faktörlerin başında gelmektedir. Literatürde özellikle FTIR kullanılarak çeşitli kompozitlerin dönüşüm dereceleri incelenmiştir. Bununla beraber DTG, dental kompozitlerde termal stabilitenin belirlenmesi dışında kullanılmamıştır. DTG polimerizasyon derecesi ile ilgili olarak bize bilgi verebileceği gibi bu metodolojinin yaygın olarak kullanılmakta olan FTIR ve mikrosertlik cihazı ile karşılaştırılması da ortaya çıkan sonuçların ne kadar güvenilir olduğunu gösterecektir. Bu çalışmanın sonucunda elde edilen verilere dayanarak hangi cihazın daha hassas ölçüm verdiği ve daha kullanışlı olduğu belirlenebilecektir. Her üç metot ile ayrı ayrı çalışılmasına rağmen literatür taramalarında DTG, Vickers sertlik cihazı ve FTIR'ın sonuçlarının karşılaştırıldığı bir çalışmaya rastlanmamıştır. Bu çalışmanın amacı 3 farklı tipte kompozitin polimerizasyon derecelerinin 3 farklı tip aygıt olan FTIR, Vickers sertlik cihazı ve DTG ile ölçüp sonuçlarının değerlendirilmesidir.

2.GEREÇ VE YÖNTEM

Bu çalışmada tek bir ışık cihazı (Hilux Ultraplus) ile polimerize edilen A2 rengindeki üç farklı kompozit materyalinin (Grandio®, Voco; Filtek™ Z-250, 3M ESPE; Silorane, 3M ESPE) dönüşüm dereceleri 3 farklı aygıt ile (FTIR, DTG, Vickers sertlik cihazı) incelenmiştir. Çalışmada kullanılan materyaller Çizelge 2.1’de, cihazlar da Çizelge 2.2’de gösterilmiştir.

Çizelge 2.1. Çalışmada kullanılan materyaller.

MATERYALLER	ÜRETİCİ FİRMA	ÜRETİM KODU
Grandio® (Nanohibrit)	VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany	1029005
Filtek™ Z-250 (mikrohibrit)	3M ESPE, St. Paul, USA	9EU
Filtek™ Silorane (Mikrohibrit)	3M ESPE, St. Paul, USA	N269483

Çizelge 2.2. Çalışmada kullanılan cihazlar.

CİHAZ	ÜRETİCİ FİRMA
Hilux Ultraplus ışık cihazı	Benlioğlu Dental, Ankara, Türkiye
Shimadzu DTG-60H	Lacerta Technology, Nottingham, UK
Shimadzu Infinity	Lacerta Technology, Nottingham, UK
HVS 1000 Microhardness Tester	Bulut Makine, İstanbul, Türkiye

Örneklerin mikrosertlik ölçümleri Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı’nda, FTIR ve DTG ölçümleri ise Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümü Analitik Kimya Anabilim Dalı laboratuvarında gerçekleştirilmiştir.

2.1. Çalışmada Kullanılan Materyaller

2.1.1. Grandio® Kompozit Rezin

Hem ön hem arka grup restorasyonlarda kullanılabilen nanohibrit kompozit rezindir. Hacimce %71.4, ağırlıkça %87 oranında baryum-alumino-borosilikat ve dumanlanmış silika doldurucu içerir. Bis-GMA, TEGDMA ve üretan-Bis-GMA monomerlerini içerir.

2.1.2. Filtek™ Z250 Kompozit Rezin

Hem ön hem de arka restorasyonlarda kullanılabilen radyopak bir mikrohibrit kompozit rezindir. BIS-GMA, TEGDMA, UDMA ve BIS-EMA monomerlerini içerir. Hacimce %60, ağırlıkça %82, partikül boyutu 0,19'dan 3,3 µm'a kadar olan zirkonya/silika doldurucu içerir.

2.1.3. Filtek™ Siloran Posterior Kompozit Rezin

Filtek silorane Sınıf I ve Sınıf II kaviteler için kullanılan mikro-hibrit yapıda siloksan-oksiran bazlı bir kompozittir. Ağırlıkça %76 doldurucu içerir. Siloran rezini, CQ-iodniyum tuzu ve elektron vericisi içeren başlatıcı sistemi, 0,05-5,5 µm boyutlarında kuartz doldurucu, yttriyum florür, stabilizörler ve pigmentler içerir.

2.2. Çalışmada Kullanılan Cihazlar

2.2.1. Çalışmada Kullanılan Işık Cihazı

Çalışmada hazırlanan kompozit restorasyonların halojen ışık ile polimerizasyonunu sağlamak için tungsten halojen ışık cihazı olarak Hilux Ultraplus (Benlioglu Dental, Ankara, Türkiye) kullanılmıştır. Cihaz, ana kutuya ilave olarak bir tabanca ve ucunda 11 mm çaplı, 60° eğimli fiber optik ışık ileticiden oluşmaktadır. Fast-ortho, standart, ramp, bleach, bonding-low olarak ayrılmış beş standart moda sahiptir. Seçilen moda göre ışık yoğunluğu otomatik olarak uygulanır. Tabanca üzerindeki dijital göstergeden polimerizasyon süresi ve tipi ayarlanabilir. Işık cihazının yoğunluğu, her bir örnek polimerizasyonu öncesi, fiber optik uç ana kutu üzerindeki sensor işaretine konulduktan sonra, cihazın üzerinde yer alan bar göstergeden ölçülerek kontrol edilmiştir. Dijital LCD göstergeli internal ışık yoğunluğu ölçerde değerler doğrudan okunur.

Çalışmamızda daha önce kullanılmamış yeni bir ışık ucu ve ışık cihazından yararlanılmıştır. Işık ucu kaviteye en yakın yerden dik açı ile her bir materyal için üretici firma talimatlarında bildirilen sürede uygulanmıştır. Kullanılan ışığın dalga boyu 500 nm olup, yoğunluğu 800 mW/cm^2 dir.

2.2.2. Vickers Sertlik Cihazı

Örneklerin alt ve üst yüzey sertlik değerlerinin analizinde yük miktarı ve uygulama zamanının kontrol edilebildiği bir Vickers sertlik cihazı (HVS 1000 Microhardness Tester, Bulut Makine, İstanbul, Türkiye) kullanılmıştır (Şekil 2.1).



Şekil 2.1. HVS 1000 Microhardness test cihazı.

2.2.3. FTIR Cihazı

Bu çalışmada Shimadzu Infinity FTIR cihazı örneklerin artan monomer miktarını tayin etmek için kullanıldı. Analizler sırasında örneklere, bu cihaz vasıtası ile her örnek için 20 tarama yaptırılıp IR spektrumları elde edildi.

2.2.4. DTG Cihazı

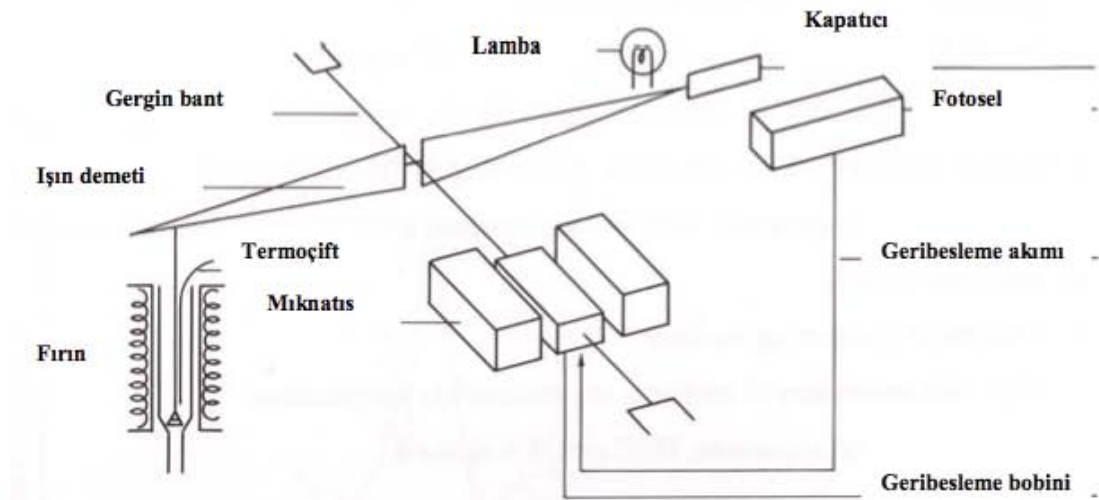
Örneklerin bir diğer yöntemle analizinde DTA ve TG ölçümlerini eş zamanlı verebilen Shimadzu DTG-60H (Lacerta Technology, Nottingham, UK) cihazı kullanılmıştır.

Cihazın ölçüm sıcaklık aralığı oda sıcaklığından 1500°C'a kadardır. Isıtma hızı ise 0,1- 99,9°C/dakika veya 0,1-99,9°C/saat arasında seçilebilmektedir.

DTG-60H cihazının fotoğrafı Şekil 2.2 ve şeması Şekil 2.3'de görülmektedir.



Şekil 2.2. Shimadzu DTG-60H cihazı.



Şekil 2.3. Shimadzu DTG-60H cihazının çalışma prensibini gösteren şema.

2.3. Örneklerin Hazırlanması

A2 rengindeki üç farklı kompozit materyalinin (Grandio[®], Voco; Filtek[™] Z250, 3M ESPE; FİLTEK Silorane, 3M ESPE) her çeşidi için 45'er adet örnek 6 mm çapında 1 mm, 2 mm ve 3 mm kalınlığında delikleri olan teflon kalıplar kullanılarak hazırlanmıştır. Fazla kısmın uzaklaştırılması ve oksijen inhibisyon tabakasının oluşmaması için örneklerin altına ve üzerine şeffaf bant ve cam yerleştirildikten sonra hem homojen bir yapı oluşturmak hem de yapı içerisinde hava kabarcığı kalmaması için camın üzerine kuvvet uygulanmıştır. Örneklerin üst yüzeyindeki cam kaldırıldıktan sonra, şeffaf bant kaldırılmadan ışık ucu çapı 8 mm olan halojen ışık cihazı ile üretici firmamın tavsiyesine uygun olarak polimerize edilmiştir. Çalışma düzeneği Çizelge 2.3'deki gibi hazırlanmıştır.

Çizelge 2.3. Çalışma düzeneği.

Grup Adı	Kompozit	Alt Grup	Kalınlık/Işık Uygulama Süresi	Örnek Sayısı	Analiz Cihazı
Grup 1	Grandio®	VG1	1 mm/ 20 s	n = 5	Vickers
		VG2	2 mm/ 20 s	n = 5	
		VG3	3 mm/ 20 s	n = 5	
Grup 2	Grandio®	FG1	1 mm/ 20 s	n = 5	FTIR
		FG2	2 mm/ 20 s	n = 5	
		FG3	3 mm/ 20 s	n = 5	
Grup 3	Grandio®	DG1	1 mm/ 20 s	n = 5	DTG
		DG2	2 mm/ 20 s	n = 5	
		DG3	3 mm/ 20 s	n = 5	
Grup 4	Filtek™ Z-250	VZ1	1 mm/ 20 s	n = 5	Vickers
		VZ2	2 mm/ 20 s	n = 5	
		VZ3	3 mm/ 20 s	n = 5	
Grup 5	Filtek™ Z-250	FZ1	1 mm/ 20 s	n = 5	FTIR
		FZ2	2 mm/ 20 s	n = 5	
		FZ3	3 mm/ 20 s	n = 5	
Grup 6	Filtek™ Z-250	DZ1	1 mm/ 20 s	n = 5	DTG
		DZ2	2 mm/ 20 s	n = 5	
		DZ3	3 mm/ 20 s	n = 5	
Grup 7	Filtek™ Siloran	VS1	1 mm/ 40 s	n = 5	Vickers
		VS2	2 mm/ 40 s	n = 5	
		VS3	3 mm/ 40 s	n = 5	
Grup 8	Filtek™ Siloran	FS1	1 mm/ 40 s	n = 5	FTIR
		FS2	2 mm/ 40 s	n = 5	
		FS3	3 mm/ 40 s	n = 5	
Grup 9	Filtek™ Siloran	DS1	1 mm/ 40 s	n = 5	DTG
		DS2	2 mm/ 40 s	n = 5	
		DS3	3 mm/ 40 s	n = 5	

Grup VG1: Grandio® kompozit 6 mm çapında ve 1 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleştirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler yüzey sertliği cihazında test edildi.

Grup VG2: Grandio® kompozit 6 mm çapında ve 2 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleştirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler yüzey sertliği cihazında test edildi.

Grup VG3: Grandio® kompozit 6 mm çapında ve 3 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleştirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler yüzey sertliği cihazında test edildi.

Grup FG1: Grandio® kompozit 6 mm apında ve 1 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler FTIR cihazında test edildi.

Grup FG2: Grandio® kompozit 6 mm apında ve 2 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler FTIR cihazında test edildi.

Grup FG3: Grandio® kompozit 6 mm apında ve 3 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler FTIR cihazında test edildi.

Grup DG1: Grandio® kompozit 6 mm apında ve 1 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler DTG cihazında test edildi.

Grup DG2: Grandio® kompozit 6 mm apında ve 2 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler DTG cihazında test edildi.

Grup DG3: Grandio® kompozit 6 mm apında ve 3 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler DTG test edildi.

Grup VZ1: Filtek™ Z-250 kompozit 6 mm apında ve 1 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler yüzey sertlięi cihazında test edildi.

Grup VZ2: Filtek™ Z-250 kompozit 6 mm apında ve 2 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler yüzey sertlięi cihazında test edildi.

Grup VZ3: Filtek™ Z-250 kompozit 6 mm apında ve 3 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler FTIR cihazında test edildi.

Grup FZ1: Filtek™ Z-250 kompozit 6 mm apında ve 1 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler FTIR cihazında test edildi.

Grup FZ2: Filtek™ Z-250 kompozit 6 mm apında ve 2 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler FTIR cihazında test edildi.

Grup FZ3: Filtek™ Z-250 kompozit 6 mm apında ve 3 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler FTIR cihazında test edildi.

Grup DZ1: Filtek™ Z-250 kompozit 6 mm apında ve 1 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler DTG cihazında test edildi.

Grup DZ2: Filtek™ Z-250 kompozit 6 mm apında ve 2 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler DTG cihazında test edildi.

Grup DZ3: Filtek™ Z-250 kompozit 6 mm apında ve 3 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 20 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler DTG cihazında test edildi.

Grup VS1: Filtek™ Siloran kompozit 6 mm apında ve 1 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 40 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler yüzey sertlięi cihazında test edildi.

Grup VS2: Filtek™ Siloran kompozit 6 mm apında ve 2 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 40 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler yüzey sertlięi cihazında test edildi.

Grup VS3: Filtek™ Siloran kompozit 6 mm apında ve 3 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 40 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler yüzey sertlięi cihazında test edildi.

Grup FS1: Filtek™ Siloran kompozit 6 mm apında ve 1 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 40 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler FTIR cihazında test edildi.

Grup FS2: Filtek™ Siloran kompozit 6 mm apında ve 2 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 40 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler FTIR cihazında test edildi.

Grup FS3: Filtek™ Siloran kompozit 6 mm apında ve 3 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 40 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler FTIR cihazında test edildi.

Grup DS1: Filtek™ Siloran kompozit 6 mm apında ve 1 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 40 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler DTG cihazında test edildi.

Grup DS2: Filtek™ Siloran kompozit 6 mm apında ve 2 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 40 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler DTG cihazında test edildi.

Grup DS3: Filtek™ Siloran kompozit 6 mm apında ve 3 mm kalınlığında teflon kalıplara yerleřtirilerek 40 s halojen ışık cihazı ile polimerize edildi. Elde edilen örnekler DTG cihazında test edildi.

2.4. Vickers Sertlik Ölçümleri

Mikrosertlik ölçümleri yapılacak örneklerin polimerizasyonunu takiben uygulanacak yük miktarının ve uygulama zamanının kontrol edilebildiđi mikrosertlik cihazında, (HVS 1000 Microhardness Tester, Bulut Makine, İstanbul, Türkiye) materyallere oda ısısında 300 g yük 15 s boyunca uygulanarak her örneđin alt ve üst yüzeylerinden üçer adet ölçüm yapıldı. Örneklerin analizi polimerizasyon işleminden 5 dk sonra gerçekleştirilmiştir. Örneklerin yüzeylerine dik konumlandırılmış Vickers ucuyla yapılan bu ölçümlerin sonuçları bilgisayar programı ile hesaplandı (Mares ImPA_hrd_061.vi).

Elde edilen Vickers sertlik deęerleri (Vickers Hardness Number = VHN) dijital ortama kaydedildi. Cihaza baęlı mikroskoptan 40 defa bytme ile elde edilen iz grntleri sertlik deęerinin hesaplanmasında kullanıldı. Her yzeyden yapılan lmn ortalaması rneęin o yzeyinin sertlik deęeri olarak belirlendi.

2.5. IR Analizleri

IR ile analiz edilecek her kompozit iin nce polimerize edilmemiř numunelerin lm yapılmıřtır. Daha sonra rnekler polimerize edilmiř ve 5 dk sonra tekrar lm yapılmıřtır. Polimerize edilmiř rneklerin lm yapılırken materyalin opak olması sebebi ile rnekler kırılmıř ve toz haline getirilerek cihaza yerleřtirilmiřtir. Spektral analiz iřlemi sırasında her rnek iin 4 cm^{-1} znrlkte, $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ dalga boyu aralıęında 20 lm yapılmıřtır.

Polimerizasyondan nce ve sonra cihazın yazılımı ile elde edilen spectrum zerinde alifatik ve aromatik ift karbon baęları iin oluřan, 1638 cm^{-1} ve 1608 cm^{-1} dalga boylarındaki u deęerler ile 1727 cm^{-1} C = O piki belirlenip kaydedilmiřtir. Fotopolimerizasyon sırasındaki dnřm derecesini hesaplamak iin daha nce yapılan alıřmalardan farklı olarak 1638 cm^{-1} 'deki alifatik C=C pikinin absorpsiyonu 1727 cm^{-1} 'deki C=O pikinin absorpsiyonuna oranlanmıřtır. FiltekTM Siloran bazlı kompozit iinse C-O-C piki olan 883 cm^{-1} ve internal standart bant olan 1257 cm^{-1} pikinin yksekliklerinin birbirlerine oranlarının polimerize edilmemiř rneklerin oranlarıyla arasındaki iliřkiye bakılmıř ve her iki monomere sahip kompozitler iin de bu řekilde elde edilen artan monomer miktarını veren eřitlięin % 100'den ıkartılmasıyla dnřm derecesi elde edilmiřtir.

2.6. DTG Analizleri

DTG ile yapılan analizlerde alminyumdan yapılmıř zel numune hcreleri kullanılmıřtır. Analiz edilecek rnekler 10-30 mg aęırlıęa sahip olacak řekilde ayarlanmıřtır.

Hücrelerden birine analiz edilecek örnek diğetine ise referans olması için boş alüminyum hücre konulmuştur. Deneyler 30-800°C sıcaklıkları arasında 10°C/dk ısıtma hızında gerçekleştirilmiştir. Isıtma için kullanılan gazlar 600°C'ye kadar azot sonrasında ise oksijendir.

Analiz edilecek örnekler için önce polimerize edilmemiş halleri teste tabi tutulmuş daha sonra polimerize edilmiş örnekler polimerizasyon işleminden 5 dk sonra analiz edilmiştir. Örneklerin ekzotermik piklerinin genişliklerinin polimerize olmamış örneklerin pik genişliklerine oranları bakılarak dönüşüm dereceleri belirlenmiştir.

2.7. İstatiksel Analiz

Çalışmamızdan elde edilen verilerin analizi İstatistik Dünyası adlı şirkette 'Statistical Package for the Social Sciences (SPSS 20 for Windows, SPSS Inc., Chicago, Illinois, USA) kullanılarak yapılmıştır. Normallik testi olarak Shapiro Wilk testi kullanılmıştır. Grupların normal dağılım göstermemesi nedeniyle parametrik olmayan testlerden Bonferonni Düzeltmeli Kruskal-Wallis H testi ve hangi gruplar arasında farklılığın olduğu ise Mann-Whitney U testi ile istatistiksel olarak değerlendirilmiştir ($p=0,05$).

3. BULGULAR

Mikrohibrit bir kompozit, nanohibrit bir kompozit ve yeni bir monomer içeriğine sahip siloran bazlı bir kompozitin farklı kalınlıklarda farklı metodlarla test edildiği bu çalışmada elde edilen verilerin analizinde grupların normal dağılım göstermemesi nedeniyle parametrik olmayan testlerden Bonferonni Düzeltmeli Kruskall-Wallis H ve Mann-Whitney U testleri kullanılmış ve gruplar arasında farklı sonuçlar olduğu bulunmuştur ($p<0,05$).

3.1. Yüzey Sertliği Sonuçları

Çalışmamızda Grandio[®], Filtek[™] Z-250 ve Filtek[™] Silorane kompozitlerinin 1 mm, 2 mm ve 3 mm kalınlıklarındaki alt ve üst yüzey sertlikleri ölçülmüş, oranları alınmış, ortalama değerler ile istatistiksel sonuçları değerlendirilmiştir.

3.1.1. Filtek[™] Siloran İçin Yüzey Sertliği Sonuçları

VS1, VS2 ve VS3 grupları için ortalama alt/üst yüzey sertliği oranları ve istatistiksel sonuçlar Çizelge 3.1’de gösterilmiştir.

Çizelge 3.1. Filtek[™] Siloran’ın farklı kalınlıklarda alt/üst yüzey sertlik oranlarının istatistiksel değerlendirilmesi.

	Vickers Filtek [™] Siloran						Kruskall-Wallis H Testi			
	N	Ortalama	Ortanca	En Düşük	En Yüksek	SS	Sıra Ort.	Ki-Kare	p	İkili Karşılaştırma
VS1	5	0,854	0,850	0,810	0,890	0,032	11,7	10,1	0,006	1-3 2-3
VS2	5	0,818	0,820	0,780	0,860	0,038	9,3			
VS3	5	0,674	0,660	0,610	0,730	0,047	3			

Filtek™ Siloran'da en yüksek sertlik oranları 1mm kalınlıkta görülmüştür. 3 mm kalınlıkta hazırlanan örnekler istatistiksel olarak anlamlı bir şekilde 1 mm ve 2 mm kalınlıkta hazırlananlara göre daha düşük sertlik değerleri ortaya koymuşlardır ($p<0,05$).

1 mm ve 2 mm kalınlıkta hazırlanan örneklerin yüzey sertliği oranları açısından istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunamamıştır.

3.1.2. Filtek™ Z-250 İçin Yüzey Sertliği Sonuçları

VZ1, VZ2 ve VZ3 grupları için ortalama alt/üst yüzey sertliği oranları ve istatistiksel sonuçlar Çizelge 3.2'de gösterilmiştir.

Çizelge 3.2. Filtek™ Z-250'nin farklı kalınlıklarda alt/üst yüzey sertlik oranlarının istatistiksel değerlendirilmesi.

	Vickers Filtek Z250						Kruskall-Wallis H Testi			
	N	Ortalama	Ortanca	En Düşük	En Yüksek	SS	Sıra Ort.	Ki-Kare	p	İkili Karşılaştırma
VZ1	5	0,922	0,920	0,910	0,950	0,016	12	10,6	0,004	1-3 2-3
VZ2	5	0,896	0,890	0,870	0,930	0,024	9			
VZ3	5	0,786	0,790	0,750	0,820	0,025	3			

Filtek™ Z-250'de en yüksek sertlik oranları 1 mm kalınlıkta görülmüştür. 3 mm kalınlıkta hazırlanan örnekler istatistiksel olarak anlamlı bir şekilde 1 mm ve 2 mm kalınlıkta hazırlananlara göre daha düşük sertlik değerleri ortaya koymuşlardır ($p<0,05$). 1 mm ve 2 mm kalınlıkta hazırlanan örneklerin yüzey sertliği oranları açısından istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunamamıştır.

3.1.3. Grandio® İçin Yüzey Sertliği Sonuçları

VG1, VG2 ve VG3 grupları için ortalama alt/üst yüzey sertliği oranları ve istatistiksel sonuçlar Çizelge 3.3'de gösterilmiştir.

Çizelge 3.3. Grandio[®], nun farklı kalınlıklarda alt/üst yüzey sertlik oranlarının istatistiksel değerlendirilmesi.

	Vickers Grandio [®]						Kruskall-Wallis H Testi			
	N	Ortalama	Ortanca	En Düşük	En Yüksek	SS	Sıra Ort.	Ki-Kare	p	İkili Karşılaştırma
VG1	5	0,944	0,940	0,940	0,960	0,009	12,6	12,03	0,002	1-3 2-3
VG2	5	0,916	0,920	0,890	0,940	0,018	8,4			
VG3	5	0,804	0,790	0,770	0,850	0,034	3			

Grandio'da en yüksek sertlik oranları 1mm kalınlıkta görülmüştür. 3 mm kalınlıkta hazırlanan örnekler istatistiksel olarak anlamlı bir şekilde 1 mm ve 2 mm kalınlıkta hazırlananlara göre daha düşük sertlik değerleri ortaya koymuşlardır ($p<0,05$). 1 mm ve 2 mm kalınlıkta hazırlanan örneklerin yüzey sertliği oranları açısından istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunamamıştır.

3.1.4 Kompozitlerin 1 mm, 2 mm ve 3 mm Kalınlıkta Yüzey Sertlik Oranlarının Karşılaştırılması

1 mm kalınlıkta hazırlanan örnekler için ortalama alt/üst yüzey sertlik oranları ve istatistiksel değerlendirmesi Çizelge 3.4' de gösterilmiştir.

Çizelge 3.4. 1 mm kalınlıktaki farklı kompozitlerin alt/üst yüzey sertliği oranlarının ortalama değerleri ve istatistiksel değerlendirilmesi.

	1 MM						Kruskall-Wallis H Testi			
	N	Ortalama	Ortanca	En Düşük	En Yüksek	SS	Sıra Ort.	Ki-Kare	p	İkili Karşılaştırma
VS1	5	0,854	0,850	0,810	0,890	0,032	3	11,05	0,003	1-2 1-3
VZI	5	0,922	0,920	0,910	0,950	0,016	8,8			
VG1	5	0,944	0,940	0,940	0,960	0,009	12,2			

FiltekTM Siloran, FiltekTM Z-250 ve Grandio'ya göre 1 mm kalınlıktaki örneklerde anlamlı bir şekilde daha düşük sertlik değerleri göstermektedir ($p<0,05$). FiltekTM Z-250 ve Grandio arasında ise istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamıştır.

2 mm kalınlıkta hazırlanan örnekler için ortalama alt/üst yüzey sertlik oranları ve istatistiksel değerlendirmesi Çizelge 3.5' de gösterilmiştir.

Çizelge 3.5. 2 mm kalınlıktaki farklı kompozitlerin alt/üst yüzey sertliği oranlarının ortalama değerleri ve istatistiksel değerlendirilmesi.

	2 MM						Kruskall-Wallis H Testi			
	N	Ortalama	Ortanca	En Düşük	En Yüksek	SS	Sıra Ort.	Ki-Kare	p	İkili Karşılaştırma
VS2	5	0,818	0,820	0,780	0,860	0,038	3	10,29	0,005	1-2 1-3
VZ2	5	0,896	0,890	0,870	0,930	0,024	9,2			
VG2	5	0,916	0,920	0,890	0,940	0,018	11,8			

Filtek™ Siloran, Filtek™ Z-250 ve Grandio®'ya göre 2 mm kalınlıktaki örneklerde anlamlı bir şekilde daha düşük sertlik değerleri göstermektedir ($p<0,05$). Filtek™ Z-250 ve Grandio® arasında ise istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamıştır.

3 mm kalınlıkta hazırlanan örnekler için ortalama alt/üst yüzey sertlik oranları ve istatistiksel değerlendirmesi Çizelge 3.6' de gösterilmiştir.

Çizelge 3.6. 3 mm kalınlıktaki farklı kompozitlerin alt/üst yüzey sertliği oranlarının ortalama değerleri ve istatistiksel değerlendirilmesi.

	3 MM						Kruskall-Wallis H Testi			
	N	Ortanca	Ortalama	En Düşük	En Yüksek	SS	Sıra Ort.	Ki-Kare	p	İkili Karşılaştırma
VS3	5	0,674	0,660	0,610	0,730	0,047	3	9,65	0,007	1-2 1-3
VZ3	5	0,786	0,790	0,750	0,820	0,025	9,9			
VG3	5	0,804	0,790	0,770	0,850	0,034	11,1			

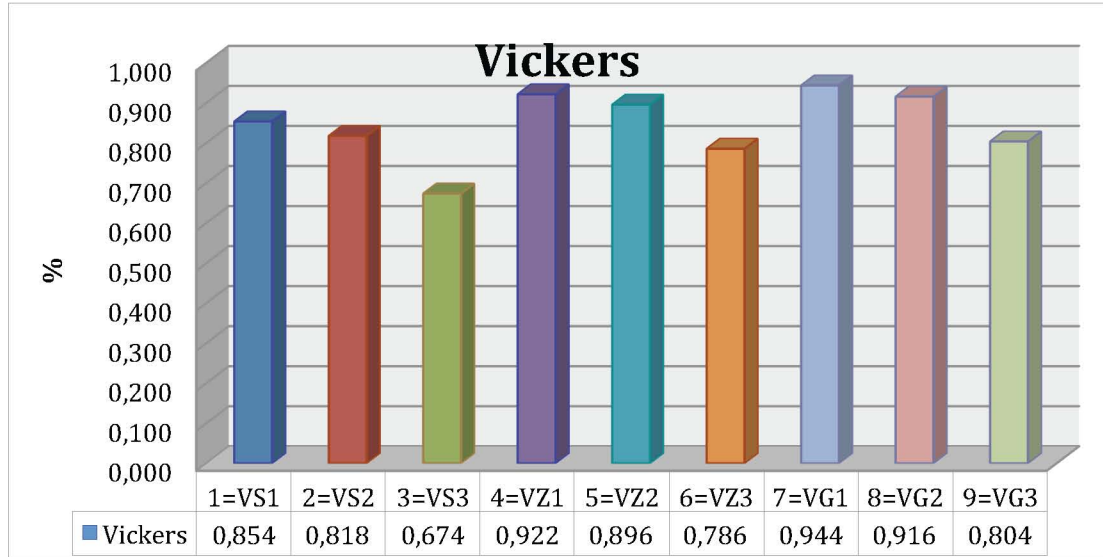
Filtek™ Siloran, Filtek™ Z-250 ve Grandio®'ya göre 3 mm kalınlıktaki örneklerde anlamlı bir şekilde daha düşük sertlik değerleri göstermektedir ($p<0,05$). Filtek™ Z-250 ve Grandio arasında ise istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamıştır.

Vickers sertlik cihazında analiz edilen tüm grupların değerleri ve aralarındaki istatistiksel değerlendirme Çizelge 3.7'de gösterilmiştir.

Çizelge 3.7. Tüm grupların ortalama alt/üst yüzey sertlik oranları ve istatistiksel değerlendirmesi.

	Vickers						Kruskal-Wallis H Testi				
	N	Ortalama	Ortanca	En Düşük	En Yüksek	SS	Sıra Ort.	Ki-Kare	p	İkili Karşılaştırma	
1=VS1	5	0,854	0,850	0,810	0,890	0,032	21,7	39,3	0,0001	1-3 1-4 1-7 2-3 2-4 2-5 2-7 2-8 3-4 3-5	3-6 3-7 3-8 3-9 4-6 4-9 5-6 5-7 5-9 6-7 6-8 7-9 8-9
2=VS2	5	0,818	0,820	0,780	0,860	0,038	15,9				
3=VS3	5	0,674	0,660	0,610	0,730	0,047	3				
4=VZ1	5	0,922	0,920	0,910	0,950	0,016	35,6				
5=VZ2	5	0,896	0,890	0,870	0,930	0,024	29,4				
6=VZ3	5	0,786	0,790	0,750	0,820	0,025	11,6				
7=VG1	5	0,944	0,940	0,940	0,960	0,009	41,8				
8=VG2	5	0,916	0,920	0,890	0,940	0,018	34,3				
9=VG3	5	0,804	0,790	0,770	0,850	0,034	13,7				

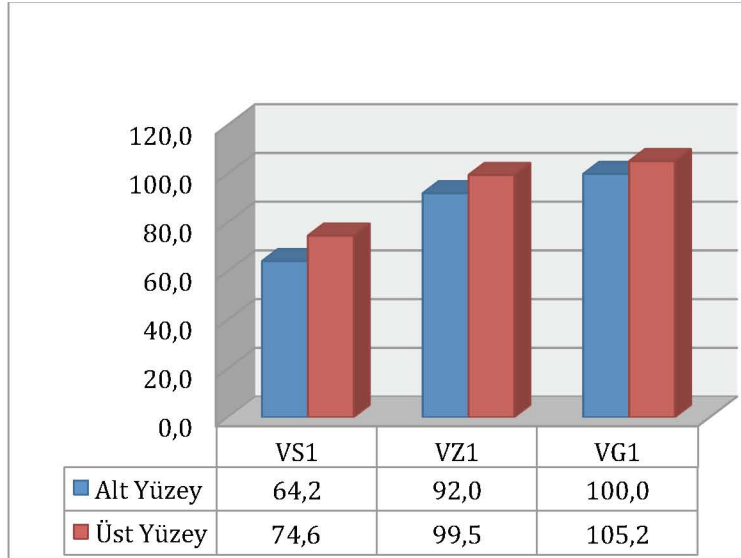
Grandio yüzey sertliği analizlerinde her kalınlıkta en yüksek değerleri gösterirken, Filtek™ Siloran her kalınlık değerinde Grandio® ve Filtek™ Z-250'ye göre anlamlı biçimde daha düşük değerler ortaya koymuştur ($p < 0,05$) (Şekil 3.1).



Şekil 3.1. Tüm grupların alt/üst yüzey sertlik oranları grafiği.

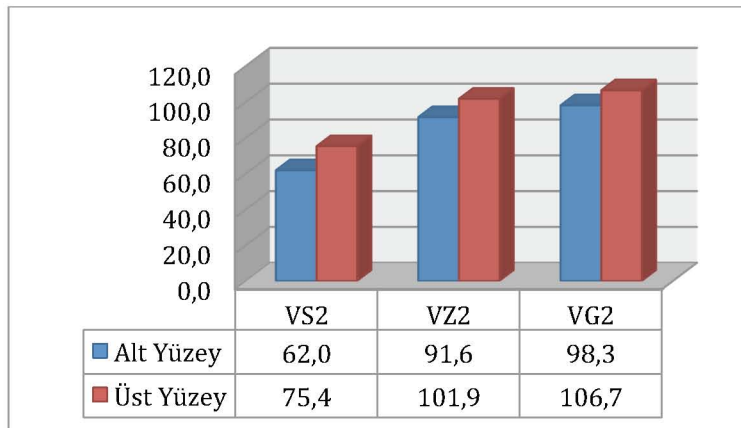
3.1.5. Kompozitlerin 1 mm, 2 mm ve 3 mm Alt Yüzey-Üst Yüzey Sertliklerinin Karşılaştırılması

1 mm kalınlıktaki örnekler için alt yüzey-üst yüzey sertliklerinin dağılımı Şekil 3.2'de görülmektedir.



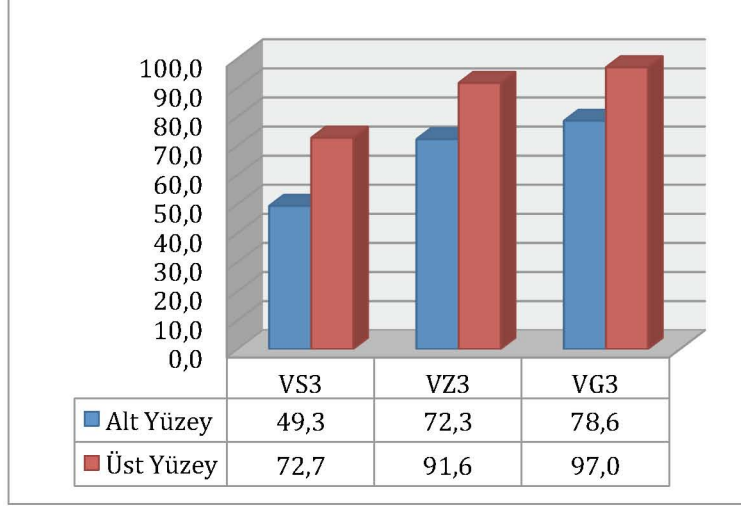
Şekil 3.2. Tüm kompozitlerin 1 mm kalınlıkta ortalama alt yüzey-üst yüzey sertlik değerleri dağılım grafiği.

2 mm kalınlıktaki örnekler için alt yüzey-üst yüzey sertliklerinin dağılımı Şekil 3.3'da görülmektedir.



Şekil 3.3. Tüm kompozitlerin 2 mm kalınlıkta ortalama alt yüzey-üst yüzey sertlik değerleri dağılım grafiği.

3 mm kalınlıktaki örnekler için alt yüzey-üst yüzey sertliklerinin dağılımı Şekil 3.4’de görülmektedir.



Şekil 3.4. Tüm kompozitlerin 3 mm kalınlıkta ortalama alt yüzey-üst yüzey sertlik değerleri dağılım grafiği.

Grandio® tüm kalınlıklarda en yüksek alt yüzey ve üst yüzey sertlik değerlerini ortaya koymaktadır. Filtek™ Siloran’ın 1 mm kalınlıktaki ortalama üst yüzey sertlik değeri, Grandio®, nun 3 mm kalınlıkta ortalama alt yüzey sertlik değerinden bile daha düşük sonuç ortaya koymuştur.

3.2. IR Analizi Sonuçları

Çalışmamızda 1mm, 2 mm ve 3 mm kalınlığında hazırlanan Filtek™ Siloran , Filtek™ Z-250 ve Grandio® kompozitleri IR ile analiz edilmiş, ortalama değerler alınmış ve sonuçlar istatistiksel olarak analiz edilmiştir.

3.2.1 Filtek™ Siloran IR Analizi Sonuçları

FS1, FS2 ve FS3 grupları için ortalama IR analiz sonuçları ve istatistiksel bulgular Çizelge 3.8’de gösterilmiştir.

Çizelge 3.8. Filtek™ Siloran'ın farklı kalınlıklarda IR analiz sonuçlarının istatistiksel değerlendirilmesi.

	IR Filtek™ Siloran						Kruskall-Wallis H Testi			
	n	Ortalama	Ortanca	En Düşük	En Yüksek	ss	Sıra Ort.	Ki-Kare	p	İkili Karşılaştırma
FS1	5	81,6	81,6	80,8	82,5	0,635	13	12,5	0,001	1-2 1-3 2-3
FS2	5	60,8	59,9	58,8	64,7	2,283	8			
FS3	5	52,0	51,6	50,1	54,5	1,748	3			

FS1, FS2 ve FS3 grupları arasında oran değerleri açısından anlamlı bir farklılık görülmektedir ($p < 0,05$). FS1 grubunda değerlerin FS2 ve FS3'e göre anlamlı şekilde yüksek olduğu görülürken, FS2 grubunun değerlerinin de FS3 grubuna göre anlamlı biçimde yüksek olduğu görülmektedir.

3.2.2. Filtek™ Z-250 IR Analizi Sonuçları

FZ1, FZ2 ve FZ3 grupları için ortalama IR analiz sonuçları ve istatistiksel bulgular Çizelge 3.9'da gösterilmiştir.

Çizelge 3.9. Filtek™ Z-250'nin farklı kalınlıklarda IR analiz sonuçlarının istatistiksel değerlendirilmesi.

	IR Filtek™ Z250						Kruskall-Wallis H Testi			
	n	Ortalama	Ortanca	En Düşük	En Yüksek	ss	Sıra Ort.	Ki-Kare	p	İkili Karşılaştırma
FZ1	5	85,1	85,2	84,1	86,1	0,808	11,5	9,8	0,007	1-3 2-3
FZ2	5	84,1	84,1	82,2	86,2	1,590	9,5			
FZ3	5	79,7	79,2	78,7	81,6	1,161	3			

FZ1 ile FZ3 grupları arasında ve FZ2 ile FZ3 grupları arasında anlamlı bir farklılık görülmektedir ($p < 0,05$). FZ3 grubu FZ1 ve FZ2 grubuna göre anlamlı bir biçimde daha düşük değerler ortaya koymuştur. FZ1 ve FZ2 grupları arasında ise istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık tespit edilememiştir.

3.2.3. Grandio® IR Analizi Sonuçları

FG1, FG2 ve FG3 grupları için ortalama IR analiz sonuçları ve istatistiksel bulgular Çizelge 3.10'da gösterilmiştir.

Çizelge 3.10. Grandio®'nun farklı kalınlıklarda IR analiz sonuçlarının istatistiksel değerlendirilmesi.

	IR Grandio®					Kruskall-Wallis H Testi				
	n	Ortalama	Ortanca	En Düşük	En Yüksek	ss	Sıra Ort.	Ki-Kare	p	İkili Karşılaştırma
FG1	5	83,7	83,6	82,3	85,8	1,299	13	12,5	0,001	1-2 1-3 2-3
FG2	5	81,4	81,2	80,9	82,1	0,457	8			
FG3	5	73,0	73,5	68,3	76,1	2,905	3			

FG1, FG2 ve FG3 grupları arasında oran değerleri açısından anlamlı bir farklılık görülmektedir ($p < 0,05$). FG1 grubunda değerlerin FG2 ve FG3'e göre anlamlı şekilde yüksek olduğu görülürken, FG2 grubunun değerlerinin de FG3 grubuna göre anlamlı biçimde yüksek olduğu görülmektedir.

3.2.4. Kompozitlerin 1 mm, 2 mm ve 3 mm Kalınlıkta IR Analiz Sonuçlarının Karşılaştırılması

1 mm kalınlıkta hazırlanan örnekler için IR analiz sonuçları istatistiksel değerlendirmesi Çizelge 3.11' de gösterilmiştir.

Çizelge 3.11. 1 mm kalınlıktaki farklı kompozitlerin IR analiz sonuçları ve istatistiksel değerlendirilmesi.

	1 MM					Kruskall-Wallis H Testi				
	n	Ortalama	Ortanca	En Düşük	En Yüksek	ss	Sıra Ort.	Ki-Kare	p	İkili Karşılaştırma
FS1	5	81,6	81,6	80,8	82,5	0,6	3,2	10,2	0,005	1-2 1-3
FZ1	5	85,1	85,2	84,1	86,1	0,8	12,2			
FG1	5	83,7	83,6	82,3	85,8	1,3	8,6			

FS1 grubu FZ1 ve FG1 grubuna göre anlamlı derecede düşük değerler ortaya koymuştur ($p<0,05$). FZ1 ve FG1 grubu değerleri açısından ise anlamlı bir farklılık bulunamamıştır.

2 mm kalınlıkta hazırlanan örnekler için IR analiz sonuçları istatistiksel değerlendirmesi Çizelge 3.12’ de gösterilmiştir.

Çizelge 3.12. 2 mm kalınlıktaki farklı kompozitlerin IR analiz sonuçları ve istatistiksel değerlendirilmesi.

	2 MM					Kruskall-Wallis H Testi				
	n	Ortalama	Ortanca	En Düşük	En Yüksek	ss	Sıra Ort.	Ki-Kare	p	İkili Karşılaştırma
FS2	5	60,8	59,9	58,8	64,7	2,3	3	12,5	0,001	1-2 1-3 2-3
FZ2	5	84,1	84,1	82,2	86,2	1,6	13			
FG2	5	81,4	81,2	80,9	82,1	0,5	8			

FS2, FZ2 ve FG2 grupları arasında oran değerleri açısından anlamlı bir farklılık görülmektedir ($p<0,05$). FZ2 grubunda değerlerin FG2 ve FS2’ye göre anlamlı şekilde yüksek olduğu görülürken, FG2 grubunun değerlerinin de FS2 grubuna göre anlamlı biçimde yüksek olduğu görülmektedir.

3 mm kalınlıkta hazırlanan örnekler için IR analiz sonuçları istatistiksel değerlendirilmesi Çizelge 3.13’ de gösterilmiştir.

Çizelge 3.13. 3 mm kalınlıktaki farklı kompozitlerin IR analiz sonuçları ve istatistiksel değerlendirilmesi.

	3 MM					Kruskall-Wallis H Testi				
	n	Ortalama	Ortanca	En Düşük	En Yüksek	ss	Sıra Ort.	Ki-Kare	p	İkili Karşılaştırma
FS3	5	52,0	51,6	50,1	54,5	1,7	3	12,5	0,002	1-2 1-3 2-3
FZ3	5	79,7	79,2	78,7	81,6	1,2	13			
FG3	5	73,0	73,5	68,3	76,1	2,9	8			

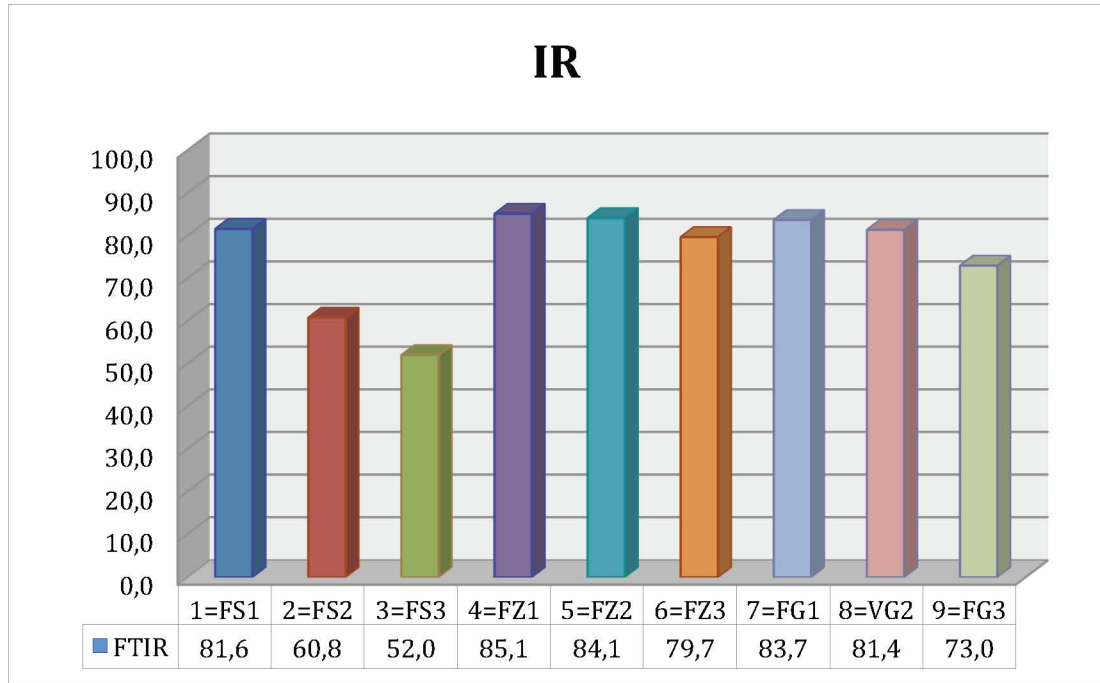
FS3, FZ3 ve FG3 grupları arasında oran değerleri açısından anlamlı bir farklılık görülmektedir ($p<0,05$). FZ3 grubunda değerlerin FG3 ve FS3’e göre anlamlı şekilde yüksek olduğu görülürken, FG3 grubunun değerlerinin de FS3 grubuna göre anlamlı biçimde yüksek olduğu görülmektedir.

FTIR cihazında analiz edilen tüm grupların değerleri ve aralarındaki istatistiksel değerlendirme Çizelge 3.14’de gösterilmiştir.

Çizelge 3.14. Tüm grupların IR analiz sonuçları ve istatistiksel değerlendirmesi.

	IR						Kruskall-Wallis H Testi						
	n	Ortalama	Ortanca	En Düşük	En Yüksek	ss	Sıra Ort.	Ki-Kare	p	İkili Karşılaştırma			
1=FS1	5	81,6	81,6	80,8	82,5	0,6	25,8	41,2	0,0001	1-2 1-3 1-4 1-5 1-9	2-3 2-4 2-5 2-6 2-7 2-8 2-9	3-4 3-5 3-6 3-7 3-8 3-9	4-6 4-8 4-9 5-6 5-8 5-9 6-7 6-9
2=FS2	5	60,8	59,9	58,8	64,7	2,3	8,0						
3=FS3	5	52,0	51,6	50,1	54,5	1,7	3,0						
4=FZ1	5	85,1	85,2	84,1	86,1	0,8	40,7						
5=FZ2	5	84,1	84,1	82,2	86,2	1,6	37,1						
6=FZ3	5	79,7	79,2	78,7	81,6	1,2	19,5						
7=FG1	5	83,7	83,6	82,3	85,8	1,3	35,8						
8=FG2	5	81,4	81,2	80,9	82,1	0,5	24,1						
9=FG3	5	73,0	73,5	68,3	76,1	2,9	13,0						

Filtek™ Z-250 tüm kalınlıklarda en yüksek sonuçları ortaya koymaktadır. Bununla beraber tüm kalınlıklarda en düşük sonuçlar Filtek™ Siloran’a aittir (Şekil 3.5).



Şekil 3.5. Tüm grupların IR analizi sonuçları dağılım grafiği.

3.3. DTG Analiz Sonuçları

Çalışmamızda 1 mm, 2 mm ve 3 mm kalınlığında hazırlanan Filtek™ Siloran , Filtek™ Z-250 ve Grandio® kompozitleri DTG ile analiz edilmiştir. Fakat DTG analizi, monomerlerin polimerizasyon mekanizmasındaki farklılıklar sebebiyle, sadece Filtek™ Siloran'da anlamlı sonuçlar ortaya koymuştur.

DS1, DS2 ve DS3 grupları için ortalama DTG analiz sonuçları ve istatistiksel bulgular Çizelge 3.15'de gösterilmiştir.

Çizelge 3.15. Filtek™ Siloran'ın farklı kalınlıklarda DTG analiz sonuçlarının istatistiksel değerlendirilmesi.

	DTG						Kruskall-Wallis H Testi			
	n	Ortalama	Ortanca	En Düşük	En Yüksek	ss	Sıra Ort.	Ki-Kare	p	İkili Karşılaştırma
DS1	5	85,6	85,4	85,2	86,5	0,5	13	11,7	0,002	1-2 1-3
DS2	5	83,4	82,6	82,4	84,9	1,2	7,6			
DS3	5	82,0	82,3	81,1	82,6	0,6	3,4			

DS1 grubu DS2 ve DS3 grubundan anlamlı ölçüde yüksek değerler ortaya koymaktadır ($p < 0,05$). DS2 grubu ve DS3 grubu arasında ise anlamlı bir farklılık bulunamamıştır.

4. TARTIŞMA

İlk defa Bowen (1964) tarafından geliştirilen kompozit rezinler, günümüzde değişik adlar, farklı doldurucu boyutları ve farklı kimyasal yapılarda bulunmaktadır. Kompozitler diş sert dokularında çeşitli sebeplerle oluşan madde kayıplarını ve buna bağlı olarak kaybedilen estetik ve fonksiyonel eksiklikleri geri kazanmak amacıyla kullanılmaktadırlar. Çalışmamızda yapısal olarak en çok kullanılan kompozit çeşitleri olan mikrohibrit bir kompozit, nanohibrit bir kompozit ve yeni bir monomer içeriğine sahip siloran bazlı bir kompozit farklı kalınlıklarda farklı metodlarla test edilmiştir.

Kompozit rezinlerin fiziksel, biyolojik ve mekanik özellikleri restoratif materyalin fiziksel ve mekanik özellikleri organik matrikslerinin ne kadarının polimere dönüştüğüne bağlıdır (Kheraif, 2011). Kompozit rezinler plastik fazdadırlar ve sertleşmeleri görünür ışığın başlattığı çapraz bağlarla rezin monomerlerinin üç boyutlu bir polimer ağına dönüşmesi ile gerçekleşmektedir (Marovic ve ark., 2013). İdeal olarak bir rezin materyalin organik matriksinde bulunan tüm monomerler polimerizasyon süreci sonucu polimere dönüşmelidir (Lohbauer ve ark., 2005). Fakat monomerlerin polimere dönüşümü hiçbir zaman tam olarak gerçekleşmemekte ve yaklaşık olarak %75'e varan oranlara çıkabilmektedir (Peutzfeld, 1997). İyi polimerize olamamış kompozit dolguların alt kısımlarında kalan dönüşmemiş artık metakrilat monomerlerin çözünabilir olmaları yapıda boşluklar oluşturarak sekonder çürüklere dahası sitotoksik ve genotoksik risklere de neden olabilmektedir (Knezevic ve ark., 2009).

Polimerizasyondaki eksiklik ayrıca, restorasyonda mikro sızıntı, renklenme, aşınmanın artması, kırılmaya karşı olan direncin azalması, su emiliminin artması, restorasyonun tutunmasının azalması, restorasyonun kaybı ve pulpal reaksiyonlara da sebebiyet verebilir (Civelek ve Özel, 2004).

Yetersiz polimerizasyona baęlı olarak dental materyallerde kalan artık monomerler, dentin tbllerinden geerek pulpada geri dnmsz hasarlara neden olabilirler, bu sebeple dental materyallerin biyolojik zellikleri polimerizasyon cihazlarının kalitesinden olduka etkilenmektedir (Spagnuolo ve ark., 2004; Kheraif ve ark., 2013). Bu nedenlerden tr dnm derecesinin test edildięi alıřmalar in vitro olarak yapılmaktadır (Marovic ve ark., 2013).

Genel olarak bir rezin kompozitin polimerizasyon kalitesi, materyalin kompozisyonu, kalınlıęı, polimerizasyondaki genel durumlar ve ışık cihazının zelliklerinden etkilenir (Rahiotis ve ark., 2004). alıřmamızda materyallerin polimerizasyonunun ışık cihazlarının farklı zelliklerinden etkilenmemesi iin tek bir ışık kaynaęı ve gc kullanılmıřtır.

Dnm derecesinin lm indirekt olarak mikro sertlik testleri ve direkt olarak FTIR analizi veya DTG ile gerekleřtirilebilir (De Wald ve Ferracane, 1987; Imazato ve ark., 2001). Fakat indirekt yntemler farklı monomer, doldurucu kompozisyonu, yapısı ve yzdesi ieren deęiřik kompozitlerin karřılařtırılmasında uygun deęildir (Chung ve Greener, 1990). Sertlik deęerlerinin lm, kompozitteki karbon baęlarının deęiřimini gstermekte yeterli bir ge olarak kabul edilebilir (Park ve ark., 2002).

Birok faktr bu metodların bir rezin kompozitin belirli bir kalınlıktaki polimerizasyon derecesini ve kalitesini lmekte kullanılabilir olduęunu dřndrse de, durum bu řekilde deęildir (Leprince ve ark., 2012). Dnm derecesini belirli bir kalınlıktaki kompozit rezinde dřnecek olursak hangisinin yeterli polimerizasyona karřılık geldięini belirlemek olduka zordur. Aslında kendi bařına polimerizasyon dnm derecesi deęeri yetersizdir nk monomerlerin oluřturduęu apraz baęın derecesi ya da oluřan polimer aęıyla ilgili bize herhangi bir bilgi saęlamamaktadır. Dimetakrilat bazlı polimerlerin yksek apraz baęlı yapısı doęrusal olmayan bir polimerizasyon srecine sebebiyet vermektedir. Bu durum fiziksel hallerindeki iki makroskopik deęiřimle iřaretlenmektedir; birincisi viskz bir sıvının elastik bir jele dndę jelasyon ařaması (jel noktası), ikincisi ise lastikimsi materyalin camsı yapıya dnm (bu ařamada elastik modl artar) olan camlařma ařamasıdır (Bowman ve ark., 2011).

Dönüşüm derecesi ve çapraz bağların miktarı, polimer ağı ne zaman sıvıdan jele ve daha sonra da lastikimsi yapıdan camsı yapıya geçtiğini belirler. Bu iki geçiş 2 mm'den ince örneklerin dönüşüm derecesi belirlendiğinde iyi tanımlanabilmektedir (Dickens ve ark., 2003). Derinlik arttıkça çapraz bağların sayısı düşüş göstermekte ve dönüşüm derecesi de azalmaktadır (Leprince ve ark., 2012).

Poskus ve ark. (2004) ile Uhl ve ark. (2004) yaptıkları çalışmalarda mikro sertlik testlerinin kompozitlerin dönüşüm derecesini gösteren en basit yöntemlerden biri olduğunu bildirmişlerdir.

Leprince ve ark. (2012) genel olarak mikrosertlik ve polimerizasyon dönüşüm derecesi arasında iyi bir doğrusal korelasyon olduğunu belirtmişlerdir.

Bununla beraber Musanje ve Darvell (2006) bu ilişkiyi genel bir kural olarak kabul etmemekte ve mikrosertliği dönüşüm derecesinden başka faktörlerin de, özellikle çapraz bağların derecesinin, etkilediğini bildirmektedirler. Her şekilde mikrosertlik testi reaktif grupların değişimi ile ilgili kantitatif bir bilgi verememektedir ki günümüzde çapraz bağların derecesini direk olarak ölçebilen bir yöntem bulunmamaktadır (Benetti ve ark., 2009).

Pilo ve Cardash (1992) uygun bir polimerizasyon için alt/üst yüzey sertlik oranının 0,8'den yüksek olması gerektiğini bildirmişlerdir. Çalışmamızda her üç kompozit de 1 mm ve 2 mm kalınlıklarda 0,8'den yüksek sertlik oranları elde edilmiştir. Filtek™ Z-250 ve Filtek™ Siloran 3 mm kalınlıkta 0,8'den düşük değerler ortaya koymaktayken, Grandio® 3 mm kalınlıkta da 0,8'den yüksek değerlere ulaşmıştır.

Bir başka çalışmada ise Vickers sertlik değeri 50'yi geçen tüm kompozitlerin ideal bir sertlik derecesi ortaya koydukları savunulmaktadır (Sharkey ve ark., 2001). Çalışmamızda üst yüzey Vickers sertlik değeri 50'nin altına düşen bir örnek saptanmamıştır, bununla beraber alt yüzey sertlik değerlerinde sadece Filtek™ Siloran 3 mm kalınlıkta 50'nin altında değerler ortaya koymuştur.

Fleming ve ark. (2008) alt yüzey sertliği üst yüzey sertliğine göre düşüş göstermediği sürece polimerizasyon derinliğinin tatmin edici olduğunu iddia etmektedirler.

Çalışmamızda her üç kompozit için de 1 mm kalınlıkta hazırlanan örneklere göre 2 mm ve 3 mm kalınlıkta hazırlanan örnekler alt yüzey sertliği açısından düşüş göstermişlerdir. Bu düşüşün en fazla olduğu kompozit ise Filtek™ Siloran'dır.

Shahdad ve ark. (2007) mikrosertlik testlerinde uygun ölçüm yapılmasının zorluklarını bildirmişlerdir. Yaptıkları çalışmada bu testlerin negatif yanlarını; mikroskopik olarak ölçümlerinin zor olması, optik sistem ve operatörün bakış açısının sonuçları etkilemesi ve materyalin elastik olarak geri dönüşebiliyor olması olarak belirtmişlerdir.

Hübbezoğlu ve ark. (2007) nanohibrit bir kompozitle mikrohibrit bir kompozitin yüzey sertliklerini karşılaştırdıkları çalışmalarında nanohibrit kompozitin daha yüksek yüzey sertlik değerleri ve daha yüksek alt/üst yüzey sertlik oranlarına ulaştığını belirtmişlerdir.

Beun ve ark. (2007) yaptıkları çalışmada nanohibrit kompozitlerin mikrohibrit kompozitlere göre daha yüksek sertlik değerleri ortaya koyduğunu bildirmişlerdir. Bu sonuçlar bizim çalışmamızın sonuçlarıyla paraleldir. Nanohibrit bir kompozit olan Grandio®, mikrohibrit kompozitler olan Filtek™ Z-250 ve Filtek™ Siloran'a kıyasla daha yüksek sertlik değerleri göstermiştir.

Bunun sebebi inorganik kısım olan doldurucuların ağırlıkça yüzdesinin en fazla Grandio®'da bulunmasına bağlanabilir. Filtek™ Z-250 ise Filtek™ Siloran'a göre daha yüksek sertlik değerleri göstermiştir ki Filtek™ Z-250'de de doldurucuların ağırlıkça yüzdesi Filtek™ Siloran'dan daha fazladır ayrıca Filtek™ Siloran'da bulunan silisyum polimerleri oldukça elastik bir yapıdadır.

D'Alpino ve ark. (2011) metakrilat bazlı bir kompozitle siloran bazlı bir kompozitin yüzey sertliklerini karşılaştırdıkları çalışmalarında, siloran bazlı kompozitlerin daha düşük sertlik değerleri gösterdiklerini bildirmişlerdir. Fakat farklı kompozitlerin yüzey sertliklerinin karşılaştırılmasının materyallerin polimerizasyon derecelerini karşılaştırma açısından uygun olmadıklarını belirtmişlerdir.

Çalışmamızda da en düşük sertlik değerleri Filtek™ Siloran'da görülmüştür. Bunun da sebebi yine başka bir araştırmada da monomerin yapısından çok içeriğindeki doldurucu oranına bağlanmıştır (Lien ve Vandewalle, 2010).

Chung ve Greener (1990) da yaptıkları çalışmada kompozit materyalin doldurucu partikül yükü ile mikro sertlik derecesi arasında pozitif bir korelasyon bulmuşlardır.

Perreira ve ark. (2005) Bis-GMA içerikli kompozitlerin; doldurucu oranı, seyreltici miktarı ve tipinin materyallerin yüzey sertliğine etkilerini inceledikleri çalışmalarında seyreltici monomer olarak TEGDMA kullanılan kompozitlerin mikrosertlik değerlerinde azalma olduğunu belirtmişlerdir.

Çalışmamızda kullandığımız Bis-GMA içerikli kompozitlerin ikisi de TEGDMA içermektedir fakat doldurucu oranı yüksek olan Grandio® daha düşük dolduruculu Filtek™ Z-250'ye göre daha yüksek yüzey sertlik dereceleri ortaya koymuştur.

Leprince ve ark. (2012) polimerizasyon derinliğinin belirlenmesi, için alt yüzey/üst yüzey sertlik oranlarının kullanılmasının uygun olmadığını zira bu oranların rastgele ve kabul edilemez olduğunu bildirmişlerdir. Bunun sebebi olarak da yüzey sertliklerinin polimerizasyon derecesinden farklı olarak monomerlerin oranı, inorganik doldurucu miktarı ve şekli, ışık cihazı ve polimerizasyon protokolünden de etkilenmesi olarak göstermişlerdir. Zira polimerizasyon sırasında daha yavaş bir jelleşme safhası yaşanmasının, mikro jel alanlarının azalmasına ve bundan sonra oluşan bağların daha çok çapraz bağlar halinde meydana gelip mikro sertlik değerlerini arttırdığını belirtmişlerdir.

Hosseinalipour ve ark. (2010) nanofil doldurucuların yüzeylerinin organik matriksle kontaklarının konvansiyonel kompozitlerdeki mikroparçacıklara göre daha fazla olduğunu bu nedenle de yüzey sertlik değerlerinin daha yüksek çıktığını vurgulamışlardır.

Cebellos ve ark. (2009) çalışmalarında kompozitlerin alt yüzey/üst yüzey sertlik oranlarının 2,5 mm kalınlıktan sonra belirgin biçimde azaldığını belirtmişlerdir.

Rueggerberg ve ark. (1994) çalışmalarında 1 mm, 2 mm ve 3 mm kalınlığında polimerize ettikleri kompozitlerde en yüksek sertlik değerini 1 mm'de elde etmişler, 2 mm'nin yeterli bir sertlik oranı ortaya koyduğunu belirtmişler, 3 mm'de ise sertlik oranlarında belirgin bir düşüş olduğunu gösterip kompozit rezinlerin 2 mm'den fazla kalınlıkta uygulanmaması gerektiğini belirtmişlerdir. Çalışmamızda da kullandığımız her üç çeşit kompozit için de 2 mm kalınlıktan sonra alt yüzey/üst yüzey sertlik oranlarının belirgin bir şekilde düştüğünü gözlemledik.

FTIR analiz yöntemi, kompozit materyallerin monomer değişimini belirlemek için sıklıkla kullanılan güvenilir bir yöntemdir (DeWald ve Ferracane, 1987), ancak FTIR analiz teknikleri ve örnek hazırladıktan sonra analize tabi tutmak için beklenilmesi gereken süre hakkında yeterli bilgi yoktur (Obici ve ark, 2004).

Bis-GMA ve UDMA içerikli kompozit materyallerin monomer dönüşüm dereceleri için % 43 ila % 85 arasında değerler bildirilmiştir (Obici ve ark., 2004). Fakat bu kalan miktarın polimerize olmamış monomerden oluştuğu anlamına gelmemektedir. TEGDMA gibi monomerlerin C=C bağları kendi C=C bağları ile birleşip diğerlerinin tepkimeye girmemiş olması muhtemeldir (Durner ve ark., 2012).

Kopperud ve ark., (2013) FTIR analizinin kompozitlerdeki farklı kimyasal bağlarla ilgili bilgi verdiğini ve rezin bazlı kompozit rezinlerin dönüşüm dereceleriyle ilgili nicel sonuçlar ortaya koyduğunu belirtmişlerdir.

Vankerckhoven ve ark. (1982) FTIR test yöntemlerinde, örneklerin hazırlanması sırasında öğütülme prensibine dayanan yöntemlerde, öğütme işlemi sırasında oluşan ısının etkisi ile monomer değişim seviyelerinde % 20'lere varan derecelerde farklar oluşabileceğini bildirmiştir.

Imazato ve ark. (2001) FTIR yöntemi ile kompozitlerin analiz edilmesinde, örneklerin toz haline getirilip ölçülmesinin örneğin sadece bir kısmını test ettiği ve bu kısımda da polimerizasyon orantısız gerçekleşmişse sonuçların doğruluk payının azalabileceğini belirtmişlerdir.

Ayrıca analiz edilen kompozit örneklerin, opak olmaları nedeniyle, homojen bir biçimde gelen IR ışınlarına karşı her noktada aynı geçirgenliğe sahip olmamaları da spektrumlarındaki geçirgenliklerin şiddetini değiştirir ve bu da FTIR analiz yönteminin kantitatif tayinde kullanımını sınırlar.

Tonetto ve ark. (2013) FTIR analizinin, rezin kompozitlerde monomer dönüşümü ile ilgili direkt bilgi verdiğini fakat örneklerin toz haline getirilerek analiz edilebilmesi nedeniyle polimerizasyon derinliğinin bu yolla belirlenemeyeceğini belirtmişlerdir.

Shin ve Rawls (2009) kompozit rezinlerin dönüşüm derecesinin belirlenmesinde kullanılan spektroskopik yöntemler içerisinde FTIR analizinin en kolay olanı olduğunu iddia etmişlerdir.

Atai ve Motevasselian (2009) mikrohibrit ve nanokompozitlerin dönüşüm derecelerini karşılaştırdıkları çalışmalarında mikrohibrit kompozitlerin nanokompozitlere göre daha yüksek dönüşüm derecesine sahip olduklarını göstermişlerdir. Bu bulgular çalışmamızda elde ettiğimiz bulgularla uyumludur. Çalışmamızda Filtek™ Z-250, Grandio®'ya göre daha yüksek polimerizasyon dönüşüm derecesi değerleri ortaya koymuştur.

Da Silva ve ark. (2008) mikrohibrit kompozitlerin nano kompozitlere göre daha yüksek dönüşüm derecesi göstermesini ışığın saçılması fenomenine bağlamışlardır. Bu teoriye göre nano parçacık içeren kompozitlerde küçük inorganik doldurucu parçaları ışığın saçılmasına neden olarak iletimini azaltmakta ve dönüşüm derecesinde azalmaya sebep olmaktadır.

Rojas ve ark. (2010) nanohibrit ve mikrohibrit kompozitlerin dönüşüm derecelerini araştırdıkları çalışmalarında nanohibrit bir kompozit olan Grandio®'nın mikrohibrit kompozitlere göre daha düşük polimerizasyon derecesi gösterdiğini belirtmişlerdir.

Knezevic ve ark. (2007) da yaptıkları çalışmada mikrohibrit bir kompozit ile nanohibrit bir kompoziti karşılaştırmışlar ve FTIR ile analiz edilen örneklerden mikrohibrit kompozitin nanohibrite göre daha yüksek polimerizasyon dönüşüm derecesi değerlerine ulaştığını bildirmişlerdir.

Kheraif ve ark. (2013) Grandio® ile mikrohibrit bir kompozit olan Arabesk Top'ın polimerizasyon dönüşüm derecelerini karşılaştırdıkları çalışmalarında nanohibrit kompozitlerin mikrohibrit kompozitlere göre daha yüksek dönüşüm derecesi değerleri ortaya koyduklarını iddia etmişlerdir. Fakat buna sebep olan durumu açıklamamışlardır.

Boaro ve ark. (2013) yaptıkları çalışmada siloran bazlı kompozitin metakrilat bazlı kompozitlere göre daha düşük monomer dönüşüm derecesi gösterdiklerini bildirmişlerdir. Bunun sebebi olarak materyalin düşük büzülme özelliği göstermesi olabileceğini belirtmişlerdir.

Epoksilerin büzülme katsayısı metakrilatlara göre çok daha azdır ve bu da polimerizasyon sonucu metakrilat bazlı bir materyalde monomer ünitelerinin orjinalde daha çok yer kaplıyor olmalarıyla açıklanabilir (Patel ve ark., 1987). Siloran moleküllerinin 4'lü fonksiyonları ve yapılarının tamamen epoksi olması nedeniyle daha düşük polimerizasyon derecesi göstermeleri beklenmedik bir sonuç olarak görülmemektedir. Çalışmamızda da en düşük monomer dönüşüm derecesini Filtek™ Siloran göstermiştir.

Porto ve ark. (2013) siloran bazlı bir kompoziti Bis-GMA bazlı nano ve mikrohibrit kompozitlerle karşılaştırdıkları çalışmalarında siloran bazlı kompozitin diğer iki gruba göre oldukça düşük polimerizasyon derecesi gösterdiğini ortaya koymuşlardır. Buna neden olarak, siloran gibi multifonksiyonel monomerlerde, molekülün ağ içerisinde yapının altında kalmasının diğer işlevsellerin hareket kabiliyetinin azalmasına sebep olması ve bunun sonucu olarak da monomerlerden birinin tepkimeye girmesinin serbest bir radikal olan makromolekülün (makroradikal) reaktivitesini düşürmesi ile sonuçlanmasını göstermişlerdir (Andrzejewska, 2001).

Ilie ve Hickel (2006) yaptıkları çalışmada siloran bazlı kompozit rezinin FTIR ile analizi sonucu 2 mm ve 6 mm kalınlıkta hazırladıkları örnekler arasında polimerizasyon dönüşüm derecesi bakımından anlamlı bir farklılığın olmadığını belirtmişlerdir. Fakat yaptıkları çalışmada 6 mm kalınlıktaki örneği 2 mm kalınlıkta 3 tabaka halinde polimerize ederek elde etmişlerdir.

Obici ve ark. (2006) 1 mm, 2 mm, 3 mm ve 4 mm kalınlıklarda hazırladıkları ve polimerize ettikleri metakrilat bazlı kompozitlerin dönüşüm derecelerini karşılaştırdıkları çalışmalarında derinlik arttıkça polimerizasyon dönüşüm derecesinin azaldığını bildirmişlerdir.

Knobloch ve ark. (2004) FTIR ile yaptıkları çalışmalarında kompozit materyallerin kalınlıkları arttıkça dönüşüm derecelerinin azaldığını bildirmişlerdir.

Çalışmamızda her üç kompozit çeşidinde de, materyal kalınlığı arttıkça dönüşüm derecelerinin azaldığı görülmüştür. Çalışma bulgularımıza göre FTIR analizi sonucu Polimerizasyon dönüşüm dereceleri incelendiğinde her 3 kalınlıkta da Filtek™ Z-250 en yüksek sonuçları göstermiştir.

Leung ve ark. (1984) yüzey sertliği sonuçlarının düzgün bilgiler vermesine rağmen FTIR analizinin polimerizasyon dönüşüm derecesini belirlemede kullanılabilir en iyi yöntem olduğunu bildirmişlerdir.

Pianelli ve ark. (1999) ağ yapısı çapraz bağlı olan materyallerde polimerizasyon dönüşüm derecesinde meydana gelen yavaş değişimlerin belirlenmesinde sertlik gibi mekanik özelliklerin analizinin FTIR analizi gibi titreşimsel tekniklerden daha hassas sonuçlar vereceğini iddia etmişlerdir.

Diğer taraftan Rueggeberg ve Craig (1988) polimerizasyonun erken aşamalarında ve ağ yapısı çapraz bağlandıktan hemen sonra oluşan polimerizasyon derecesindeki küçük değişimlerde, yüzey sertlik analizlerinin FTIR analizine göre daha sıkıntılı olduğunu belirtmişlerdir. Buna sebep olarak da materyalin bu safhada yapısal bütünlüğünün henüz sağlanamamış olmasını ve jelasyon aşaması tamamlanmadan yumuşak bir materyalin sertliğinin ölçülemeyecek olmasına bağlamışlardır.

Orefice ve ark. (2003) kompozitlerin dönüşüm dereceleri ile yüzey sertlikleri arasındaki korelasyonu inceledikleri çalışmalarında FTIR ile analiz ettikleri örneklerin dönüşüm derecesi oranlarının yüzey sertlik oranları ile doğru orantılı bir ilişki içinde olduklarını göstermişlerdir.

Ferracane (1985) monomer dönüşüm derecesi ile sertlik derecesi arasında pozitif bir korelasyon bulmuştur, ancak farklı kompozit materyaller kullanıldığında sertlik derecesinin tek başına dönüşüm derecesini gösteremeyeceğini belirtmiştir. Monomer değişim derecesinin, artan kalınlıkla beraber sertlik derecesine göre çok daha hızlı bir düşüş gösterdiğini vurgulamıştır.

Bunun yanında, kompozit rezinlerin mekanik özelliklerinin daha çok çapraz bağlardan oluşan güçlü bir ağ oluştuğunda yükseleceğini, monomer değişim seviyesinin ise bu durumda değişmeden kalabileceğini belirtmiştir (Ferracane, 1985).

Silva ve ark. (2007) diş hekimliğinde kullanılan kompozitleri FTIR ve Vickers ile inceledikleri çalışmalarında her iki analiz yönteminde de materyallerin kalınlıkları arttıkça sertlik ve polimerizasyon derecesinde düşüş olduğunu gözlemlemişler fakat iki yöntem arasında direk bir ilişki olmadığını belirtmişlerdir. Bunun sebebi olarak, polimerizasyon dönüşüm derecesi polimerizasyon reaksiyonunun büyüklüğüne bağlıken, sertlik değerinin polimerizasyon reaksiyonun büyüklüğünün yanısıra monomerlerin dönüşümü sırasında oluşan çaprazbağ yapısının miktarından da etkilenmesini göstermişlerdir.

Yan ve ark. (2010) yüzey sertliği ölçümlerinin, tek bir materyalin incelenmesinde polimerizasyon dönüşüm derecesiyle ilgili bilgi veren kullanışlı bir indirek yöntem olduğunu fakat farklı materyallerin incelenmesinde kullanımının doldurucu miktarı ve çapraz bağ yapısından etkilenmesi nedeniyle kısıtlı olduğunu bildirmişler, FTIR ve yüzey sertliği ölçümlerinin monomer değişimini saptamada kullanılabilir olduğunu bildirmişlerdir. Bununla beraber yüzey sertliği analizlerinin FTIR analizlerine göre, belirli bir dereceye kadar polimerize edilmiş bir kompozit materyalin monomer değişimiyle ilgili daha hassas bilgi verdiğini iddia etmişlerdir.

De Wald ve Ferracane (1987) FTIR analizinin C=C bağlarının dönüşümünü belirlemesi nedeniyle polimerizasyon derecesiyle ilgili daha güvenilir sonuçlar verdiğini fakat belirli bir materyalin dönüşüm derecesinin incelenmesinde yüzey sertliği değerlendirilmesinin de kullanılabileceğini zira iki yöntem arasında yüksek bir korelasyonun bulunduğunu bildirmişlerdir.

Rastelli ve ark. (2012) diş hekimliğinde kullanılan farklı kompozitleri FTIR ve Vickers sertlik cihazı ile analiz ettikleri çalışmalarında bu iki yöntem arasında kompozitler arası bir korelasyonun olmadığını bildirmişlerdir. Çalışmalarında mikrohibrit bir kompozit olan Filtek™ Z-250 nanohibrit bir kompozit olan Filtek™ Supreme XT'den daha düşük polimerizasyon derecesi ortaya koyarken, yüzey sertlik değerleri daha yüksek bulunmuştur.

Çalışmamızda Filtek™ Z-250 nanohibrit bir kompozit olan olan Grandio®'dan daha düşük sertlik değerleri ve daha yüksek polimerizasyon dönüşüm dereceleri ortaya koymuştur. Ama Grandio® ve Filtek™ Supreme XT kompozitlerinin organik matriksleri ve doldurucu oranları birbirinden farklıdır, bu da çalışmamızda bulduğumuz sonuçların daha farklı olmasına neden olmaktadır.

Galvao ve ark. (2010) yaptıkları çalışmalarında nano dolduruculu bir kompoziti farklı ışık cihazları ile polimerize etmiş, FTIR ve Vickers sertlik analizi ile incelemişlerdir. Polimerizasyon dönüşüm dereceleri arası bir farklılık bulamazken alt/üst yüzey oranları arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık olduğunu belirtmişlerdir, bu da çalışmalarında iki yöntem arasında anlamlı bir korelasyonun olmadığını göstermiştir.

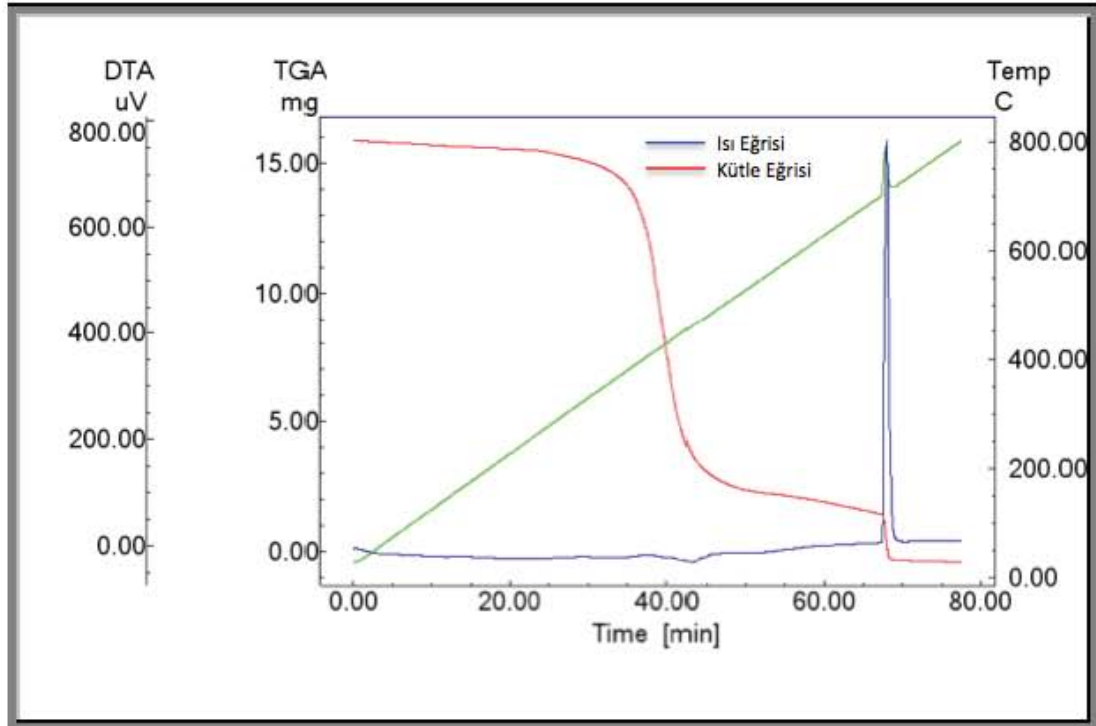
Marovic ve ark. (2013) FTIR analizi ve Vickers sertlik analizi ile farklı kompozitleri karşılaştırdıkları çalışmalarında iki yöntem arasında bir korelasyonun olmadığını belirtmişlerdir. En yüksek yüzey sertlik değerlerini veren kompozit, FTIR analizi sonuçlarına göre en düşük polimerizasyon dönüşüm derecesi değerlerini ortaya koymuştur. Buna sebep olarak da bu kompozitin yüksek doldurucu içermesi ve organik matriks yapısı gösterilmiştir. Metakrilat bazlı kompozitlerde kullanılan Bis-GMA yüksek viskoziteli, düşük molekül hareketli ve bunların sonucu olarak da zor polimerize olan bir monomerdur.

Bu monomeri dilüe etmek için kullanılan monomerler TEGDMA, Bis-EMA ve UDMA gibi düşük viskoziteli materyallerdir. Bu monomerlerin oranı polimerizasyon derecesini etkilemektedir: Yüksek doldurucu içeriği yüzey sertlik değerlerini arttırırken Bis-GMA oranının fazla olması polimerizasyon dönüşüm derecesini düşürmektedir (Nunes ve ark., 2008; Ferracane, 2011; Hadis ve ark., 2011).

Çalışmamızda Grandio® en yüksek yüzey sertlik değerleri ve en yüksek alt/üst yüzey sertlik oranlarına sahip olmasına rağmen FTIR analizi sonuçlarında Filtek™ Z-250 daha yüksek dönüşüm derecesi değerleri göstermiştir.

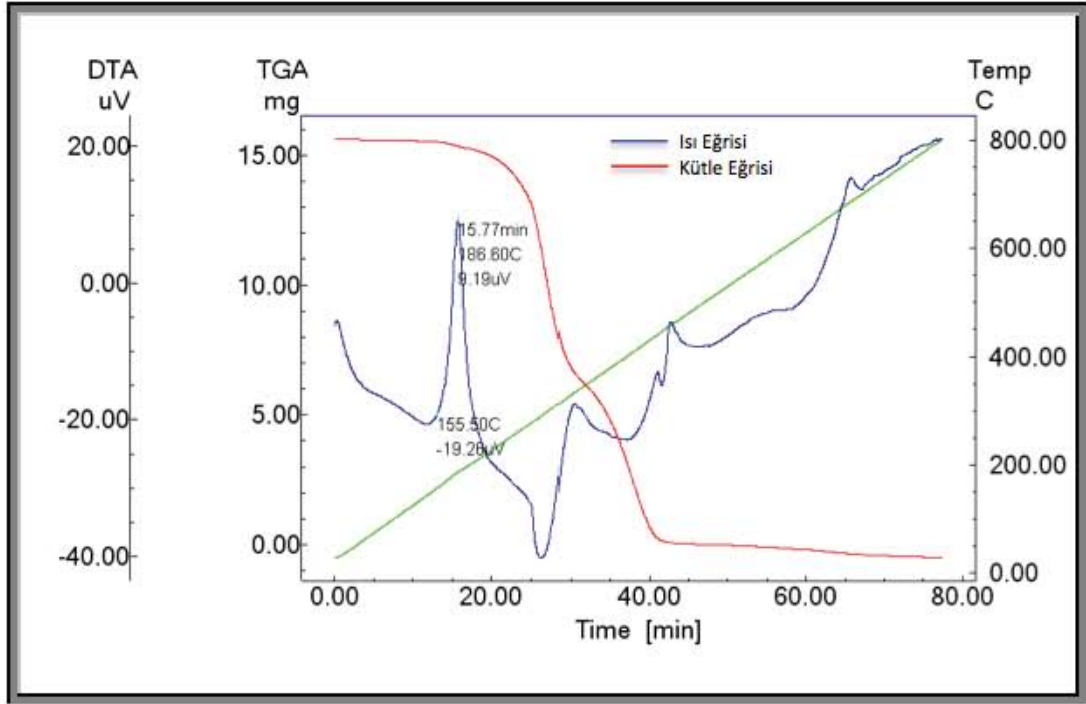
Bununla beraber Filtek™ Siloran ve Grandio® kullanarak hazırladığımız örneklerde 1 mm ve 2 mm kalınlıklarda Vickers sertliği açısından anlamlı bir düşüş görülmemekle beraber FTIR analizi sonuçlarında bu iki kalınlık arasında anlamlı bir fark olduğunu görmekteyiz. Yine analiz edilen örneklerin kalınlıkları arttıkça alt/üst yüzey sertlik oranlarının azaldığı, FTIR analiz sonuçlarına göre de polimerizasyon derecesinin azaldığı görülmüştür. Bu noktada iki yöntemin paralel sonuçlar verdiğini söyleyebiliriz.

Çalışmamızda DTG ile yaptığımız ölçümler sonucu siloran bazlı kompozitte anlamlı sonuçlar elde ederken Bis-GMA içeren kompozitlerde monomerlerin dönüşüm derecesinin DTG ile saptanma olanağı bulunamamıştır. Bis-GMA polimerleşme esnasında yüksek miktarda ısı salan bir polimer değildir. Çalışmamızda standart Bis-GMA ile yapılan ölçümlerde monomer TG cihazında termal olarak polimerize edildiğinde herhangi bir ekzotermik sinyal gözlenmemiştir (Şekil 4.1).



Şekil 4.1. Bis-GMA DTA-TG termogramı.

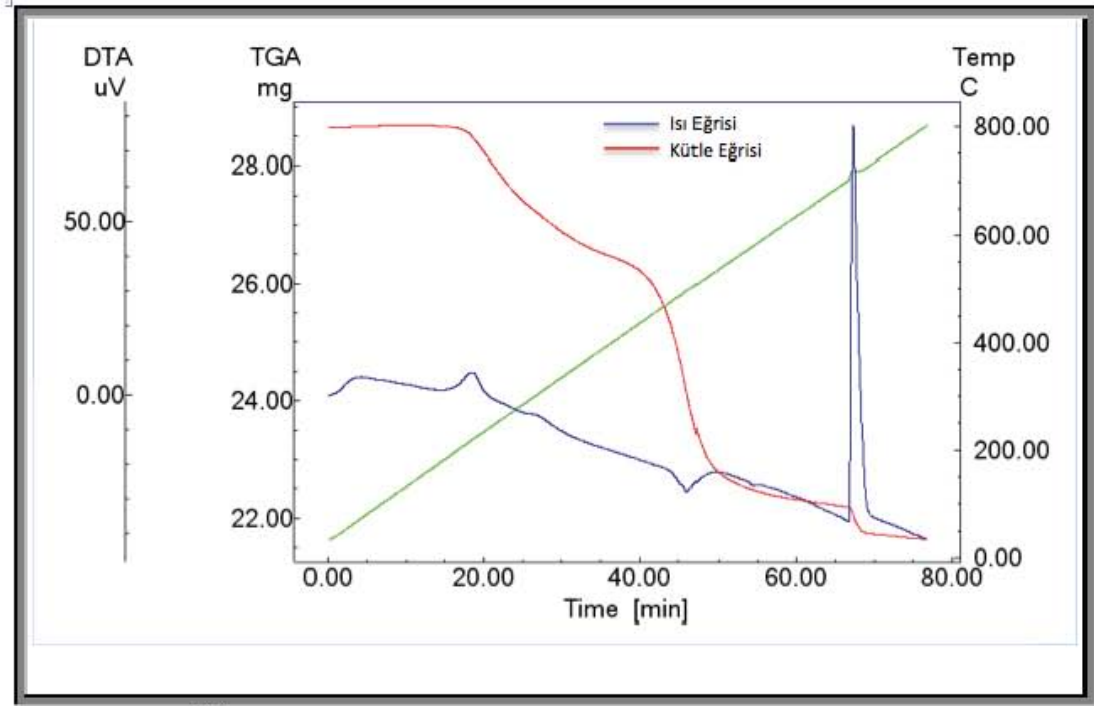
Standart TEGDMA ile DTG ölçümleri yaptığımızda Bis-GMA'nın aksine TEGDMA polimerize olduğunda oldukça net bir ekzotermik sinyal vermektedir (Şekil 4.2). Bis-GMA ve TEGDMA standardı kullanılarak yaptığımız seyreltmelerde %20 civarında Bis-GMA bile olsa herhangi bir ekzotermik pik gözlenmediği belirlenmiştir. Bunun sebebi büyük bir olasılıkla diğer monomer molekülleri arasına Bis-GMA moleküllerinin girip polimerize olmasıdır. Bis-GMA ve TEGDMA monomerlerinin polimerleşme mekanizmaları birbirinden farklı olabilir. Bununla birlikte Bis-GMA ağırlıklı olarak kompozit içinde bulunduğu bu ekzotermik sinyali ortadan kaldırdığından polimerizasyon derecesini DTG ile belirleme olanağı bulunmamaktadır.



Şekil 4.2. TEGDMA DTA-TG termogramı.

Imazato ve ark. (2001) yaptıkları çalışmada DTA yöntemi ile Bis-GMA içerikli kompozitlerin polimerizasyon derecesinin belirlenebileceğini iddia etmişlerdir. Fakat yaptığımız literatür taramasında DTA ve TG'nin Bis-GMA içerikli kompozitlerin sadece inorganik doldurucu oranının belirlenmesinde, kütle değişiminin incelenmesinde ve de ısıya karşı olan davranış biçimlerinin test edilmesinde kullanıldığını gördük (McCabe, 1985; Mendes ve ark., 2005; Beun ve ark., 2007; Almeida ve Mothe, 2009; Rastelli ve ark., 2012; D'Alpino ve ark., 2014).

Buna karşın Filtek™ Siloran kompozitinde standart siloran monomeri kullanıldığından çok net bir ekzoterm gözlenmiş ve hazırladığımız disk örneklerinde DTG ile polimerizasyon derecesini belirleme olanağı olmuştur (Şekil 4.3).



Şekil 4.3. Filtek™ Siloran DTA-TG termogramı.

DTG analizinde Filtek™ Siloran'ın örnek kalınlığı arttıkça polimerizasyon yüzdesinin azaldığı, polimerleşmemiş monomerin arttığı görülmektedir. Filtek™ Siloran ile gerçekleştirdiğimiz DTG analizi sonuçlarında 1 mm, 2 mm ve 3 mm kalınlıkta örneklerde 1 mm'deki örneklerin polimerizasyon dönüşüm derecesi 2 mm ve 3 mm kalınlıktakilere göre anlamlı bir biçimde yüksektir. 2 mm kalınlıkta polimerizasyon dönüşüm derecesi 3 mm'dekine göre daha yüksek olsa da bu fark istatistiksel olarak anlamlı değildir.

Üç yöntemin sonuçları birbirine paraleldir. Üç sonuç aynı birimle ifade edilemediğinden bu üç yöntemin aralarında anlamlı bir fark olup olmadığını istatistik olarak karşılaştırmak mümkün değildir. Fakat kompozit örneklerde disk kalınlıkla polimerizasyon yüzdesinin azaldığı, polimerleşmemiş monomerin arttığı görülmektedir. Monomer miktarı artınca sertliğin azalacağı da bir gerçektir. Vickers sonuçları bunu desteklemektedir.

Çalışmamızda karşılaştığımız en büyük deneysel problem FTIR cihazının verilerinin değerlendirilmesinde olmuştur. Standart monomerler viskoz bir sıvı olduklarından bunların IR spektrumlarını kaydetmek problem yaratmamış fakat polimerize edilmiş disklerin IR spektrumlarını kaydederken fiziki problemler yaşanmıştır. Çünkü polimerleşmiş diskler katı haldedir ve cihaza yerleştirilirken tam bir homojenlik sağlama olanağı yoktur. Öte yandan cihazın rezolüsyonu (ayırma gücü) 4 cm^{-1} olduğundan katı polimerlerin yani disklerin IR spektrumlarında sürekli bir spektrum görünümünden çok kesikli spektrum görünümü ağırlık kazanmıştır. Bu sebepten ancak belli 2 dalga boyu (metakrilat bazlı kompozitler için: 1625 cm^{-1} - 1645 cm^{-1} / siloran bazlı kompozit için: 883 cm^{-1} - 1257 cm^{-1}) dikkate alınarak hesaplama yapılmıştır. Bundan dolayı IR spektrumlarında bulunan sonuçlar düşüncelerimize göre daha kabadır. Bu sonuçlar daha mantıklı olmasına rağmen Filtek™ Siloran'da FTIR'dan elde edilen sonuçlar DTG ile karşılaştırıldığında DTG'nin bu konudaki üstünlüğü spektrum değerlendirilmesinden sonuçların standart sapmasına kadar görülmektedir.

Günümüzde kompozit rezinlerin polimerizasyonlarının daha iyi olabilmesi ve daha az miktarda reaksiyona girmemiş monomerlerin kalması için kimyasal yapıları güçlendirilmiş yeni monomerler ve değişik türde doldurucular geliştirilmektedir. Bu konuda atılan her yeni adım bir çok araştırmayı da beraberinde getirecektir.

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Çalışmamızdan elde ettiğimiz verilere göre:

Grandio[®], Filtek[™] Siloran ve Filtek[™] Z-250'ye göre her kalınlıkta daha yüksek yüzey sertlik değerleri göstermiştir. En düşük yüzey sertlik değerleri Filtek[™] Siloran'da görülmüştür.

Her üç kompozitte de kalınlık arttıkça alt/üst yüzey sertlik oranları azalmıştır. Bu oran sadece Filtek[™] Siloran ve Filtek[™] Z-250'de 3 mm kalınlıkta standart kabul edilen 0,8'den aşağıda seyretmiştir.

FTIR analizi sonuçlarına göre her kalınlıkta en yüksek polimerizasyon dönüşüm derecesi Filtek[™] Z-250'de elde edilmiştir. En düşük değerler ise yine Filtek[™] Siloran'da görülmüştür.

Her üç kompozitte de kalınlık arttıkça polimerizasyon dönüşüm dereceleri azalmıştır. Filtek[™] Siloran'da her üç kalınlıkta istatistiksel olarak anlamlı bir düşüş görülürken, diğer iki kompozitte anlamlı düşüş 2 mm ve 3 mm kalınlıktaki örnekler arasındadır ($p < 0,05$).

DTG analizi sonuçlarına göre test edilen örneklerde yine kalınlık arttıkça, artık monomer miktarının arttığı ve polimerizasyon dönüşüm derecesinin azaldığı görülmüştür. Fakat bu örneklerden alınan sonuçlar Vickers ve FTIR'dan farklı olarak 1 mm kalınlıktaki örneklerde 2 mm ve 3 mm kalınlıktaki örneklere göre anlamlı biçimde daha yüksektir, FTIR ve Vickers analizleri sonuçlarında ise her üç kalınlıkta da anlamlı farkların olduğu görülmüştür ($p < 0,05$).

Bu sonuçlar ışığında DTG her ne kadar Vickers Sertlik testi ve FTIR analizine göre daha hassas sonuçlar ortaya koysa da metakrilat bazlı kompozitlerin polimerizasyon dönüşüm derecesinin belirlenmesinde kullanıma imkanı yoktur. Siloran bazlı kompozitlerde ise DTG ile elde edilen sonuçlar Vickers ve FTIR analizlerine göre daha anlamlıdır.

FTIR analizi sonuçları siloran bazlı kompozitte beklenenin çok üstünde artık monomer olduğunu göstermektedir, DTG ile yapılan analizde de FTIR analizine paralel olarak kalınlık arttıkça polimerizasyon dönüşüm derecesi azalmakta fakat sonuçlar daha anlamlı olarak ortaya çıkmaktadır.

Metakrilat bazlı kompozitlerin polimerizasyon dönüşüm derecesinin belirlenmesinde FTIR analizi ve Vickers sertlik testi paralel sonuçlar ortaya koymaktadır, bununla beraber bu iki yöntem beraber kullanılarak farklı kompozitlerin polimerizasyon dönüşüm derecelerinin karşılaştırılması anlamlı sonuçların elde edilememesine sebebiyet verecektir. Bu iki yöntem belirli bir kompozitin polimerizasyon dönüşüm derecesinin belirlenmesinde kullanılmalıdır.

Metakrilat bazlı kompozitler için FTIR analizi Vickers sertlik testine göre daha hassastır. Sertlik testleri materyalin fiziksel bir özelliğinden yola çıkarak polimerizasyon dönüşüm derecesi ile ilgili indirekt olarak bilgi vermektedir. Bununla beraber bir materyalin sertliği polimerizasyon dönüşüm derecesinde başka faktörlerden de etkilenmektedir. Ayrıca sertlik testlerinin uygulanması zor ve oldukça subjektiftir.

Araştırmamızın sonucuna göre bu üç yöntem de polimerizasyon dönüşüm derecesinin belirlenmesinde kesin bir sonuç verememektedir.

ÖZET

Işık İle Polimerize Edilen Kompozit Rezinlerin Polimerizasyon Dönüşüm Derecelerinin Belirlenmesinde Üç Farklı Yöntemin Karşılaştırılması

Bu çalışmanın amacı 3 farklı tipte kompozitin polimerizasyon derecelerinin 3 farklı tip aygıt olan FTIR, Vickers sertlik cihazı ve DTG ile ölçüp sonuçlarının değerlendirilmesidir.

Çalışmamızda metakrilat bazlı nanohibrit bir kompozit olan Grandio®, metakrilat bazlı mikrohibrit bir kompozit olan Filtek™ Z-250 ile siloran bazlı Filtek™ Siloran 3 farklı kalınlıkta (1 mm, 2 mm, 3mm) n=5 olacak şekilde, 3 farklı yöntem ile analiz edilmiştir. Elde edilen sonuçlar Kruskal-Wallis H testi ile istatistiksel olarak değerlendirilmiştir (p<0,05).

Grandio® her üç kalınlıkta da en yüksek yüzey sertlik değerlerini gösterirken, FTIR analizi sonucu en yüksek polimerizasyon dönüşüm derecesi değerleri her kalınlıkta Filtek™ Z-250'de elde edilmiştir. En düşük değerler ise her iki yöntem için de Filtek™ Siloran'da bulunmuştur. DTG analizi ise sadece siloran bazlı kompozitin analizinde kullanılabilmektedir.

Her üç yöntemde de kompozitler ayrı ayrı değerlendirildiğinde paralel sonuçlar ortaya koymuştur ve farklı tipteki bu kompozitlerin herbirinde kalınlık arttıkça polimerizasyon dönüşüm derecesi değerleri azalmıştır (p<0,05).

Anahtar Kelimeler: DTG, FTIR, Kompozit rezin, Polimerizasyon dönüşüm derecesi, Siloran.

SUMMARY

Comparing Three Different Methods On Determination of Degree of Conversion of Three Different Composite Resins

The aim of this study is comparing three different methods, FTIR, Vickers Hardness Test and DTG on determining degree of conversion of three commercial dental composites.

In this study one methacrylate based nanohybrid composite Grandio®, one methacrylate based microhybrid composite Filtek™ Z-250 and one siloran based microhybrid composite Filtek™ Silorane polymerized as the manufacturers instructed at different thicknesses (1 mm, 2 mm and 3 mm) and analyzed by three different methods. Data were analyzed by Kruskal-Wallis H test ($p < 0,05$).

While the highest Vickers hardness values were obtained by Grandio® at all depths, Filtek™ Z-250 showed the highest degrees of conversion at all depths. The lowest values recorded for both methods at Filtek™ Silorane. Siloran based composite was the only type of composite that can be analyzed by DTG.

All three methods gave parallel results for each individual composite and for each composite as the thickness of the material increases, degree of conversion decreases ($p < 0,05$).

Key Words: Composite Resin, Degree of Conversion, DTG, FTIR, Silorane.

KAYNAKLAR

- ALLEN, N.S. (1996). Photoinitiators for UV and visible light curing of coatings: mechanisms and properties. *J. Protochem. Photobiol.*, **100**: 101-107.
- ALLEN, P. A., BAYNE, S.C., BECKER, I.B., DONOVAN, T.E., HUME, W.R., KOIS J.C. (2000). Annual review of selected dental literature: report of committee on scientific investigation of the American Academy of Restorative Dentistry. *J. Prosthet. Dent.*, **84**: 59-92.
- ALMEIDA, C.C., MOTHE, C.G. (2009). Characterization of dentaş composites by thermal analysis, infrared spectroscopy and scanning electron microscopy. *J. Therm. Calorim.*, **97**: 585-589.
- ANDERSSON-WENCKERT, I.E., VAN DIJKEN, J.W., KIERI, C. (2004). Durability of extensive Class II open-sandwich restorations with a resin-modified glass ionomer cement after 6 years. *Am. J. Dent.*, **17**: 43-50.
- ANDRZEJEWSKA, E. (2001). Photopolymerization kinetics of multifunctional monomers. *Prog. Polym. Sci.*, **26**: 605-665.
- ANUSAVICE, K.J. (2003). Philips' Science of Dental Materials. 11th ED. St. Louis: Saunders; Co.
- ASMUSSEN, E., PEUTZFELD, A. (2005). Polymerization contraction resin composite vs. energy and power density of light cure. *Eur. J. Oral Sci.*, **113**: 417-421.
- ATAI, M., MOTEVASSELIAN, F. (2009). Temperature rise and degree of photopolymerization conversion of nanocomposites and conventional dental composites. *Clin. Oral Invest.*, **13**: 309-316.
- BAĞIŞ, Y.H., YAMANEL, K. (2000). Işık ile polimerize olan kompozit rezinin renk farklılıklarının absorpsiyon kat sayılarına etkisi. *A. Ü. Diş Hek. Fak. Derg.*, **27**: 151-157.
- BAYNE, S.C., HERMAN, H.O., EDWARD, J. (1994). Update on dental composite restorations. *J. Am. Dent. Assoc.*, **125**: 687-701.
- BAYNE, S.C., THOMPSON, J.Y., SWIFT, JR. E.J., STAMATIADIS, P., WILKERSON, M. (1998). A characterization of first-generation flowable composites. *J. Am. Dent. Assoc.*, **129**: 567-577.
- BAYSAL, B. (1981). Polimer Kimyası. Orta Doğu Teknik Üniversitesi Yayınları. Bölüm. 1 s.: 1-9.
- BENETTI, A.R., ASMUSSEN, E., MUNKSGAARD, E.C., DEWAELE, M., PEUTZFELD, A., LELOUP, G. (2009). Softening and elution of monomers in ethanol. *Dent. Mater.*, **25**: 1007-1013.
- BEUN, S., GLORIEUX, T., DEVAUX, J., VREVEN, J., LELOUP, G. (2007). Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. *Dent. Mater.*, **23**: 51-59.
- BLACKHAM, J.T., VANDEWALLE, K.S., LIEN, W. (2009). Properties of hybrid resin composite systems containing prepolymerized filler particles. *Oper. Dent.*, **34**: 697-702.

- BOARO, L.C., GONCALVES, F., GUIMARAES, T.C., FERRACANA, J.L., PFEIFER, C.S., BRAGA, R.R. (2013). Sorption, solubility, shrinkage and mechanical properties of 'low-shrinkage' commercial composite resin. *Dent. Mater.*, **29**: 398-404.
- BOWEN, R.L. (1964). Effects of particle shape and size distribution in a reinforced polymer. *J. Am. Dent. Assoc.*, **69**: 481-495, 1982, In: BAYIRLI, G., ŞİRİN, Ş. Konservatif Diş Tedavisi. Dünya Tıp Kitapevi Ltd. İstanbul, s.: 161-184.
- BOWMAN, C.N., CRAMER, N.B., SANSBURY, J. (2011). Recent advances and developments in composite dental restorative materials. *J. Dent. Res.*, **90**: 402-416.
- BURTSCHER, P. (1991). Curing of composites with an Argon laser. *J.Dent. Res.*, **70**: 526 (Abstract no:2080)
- CASSONI, A., RODRIGUES, J.A. (2007). Argon laser: a light source alternative for photopolymerization and in-office tooth bleaching. *Gen. Dent.*, **55**: 416-419.
- CAUGHMAN, W.F., RUEGGEBERG, F.A. (2002). Shedding new light on composite polymerization. *Oper. Dent.*, **27**: 636-638.
- CEBELLOS, L., FUENTES, M.V., TAFALLA, H., MARTINEZ, A., FLORES, J., RODRIGUES, J. (2009). Curing effectiveness of resin composites at different exposure lights using LED and halogen units. *J. Clin. Exp. Dent.*, **1**: 8-13.
- CHEN, M.H. (2010). Update on dental nanocomposites. *J.Dent. Res.*, **89**: 549-560.
- CHEN, M.H., CHEN, C.R., HSU, S.H., SUN, S.P., SU, W.F. (2006). Low shrinkage light curable nanocomposite for dental restorative material. *Dent. Mater.*, **22**: 138-145.
- CHUNG, K.H., GREENER, E.H. (1990). Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. *J. Oral Rehab.*, **17**: 487-494.
- CIVELEK, A., OZEL, E. (2004). Işıkla polimerize olan kompozitlerin polimerizasyon derinliği. *Akademik Dental.*, **3**: 34-39.
- COATS, A.W., REDFERN, J.P. (1963). Thermogravimetric analysis: A review. *Analyst*, **88**: 906-924.
- CONDON, J.R., FERRACANE, J.L. (1997). Factors effecting dental composite wear in vitro. *J. Biomed. Mater. Res.*, **38**: 303-313.
- CRAIG, R.G., POWERS, J.M. (2002). Restorative Dental Materials. 11 th Ed. St. Louis: The C.V. Mosby Co., p: 231-257.
- CRISPIN, J.B. (1994). Contemporary Esthetic Dentistry: Practice Fundamentals. 3rd Ed. Tokyo: Quintessence Pub. CO. Ltd., p.: 60-71.

- D'ALPINO, P.H.P, BECHTOLD, J., DOS SANTOS, P.J., ALONSO, R.C.B., DI HIPOLITO, V., SILIKAS, N., RODRIGUES, F.P. (2011). Methacrylate- and silorane-based composite restorations: Hardness, depth of cure and interfacial gap formation as a function of the energy dose. *Dent. Mater.*, **27**: 1162-1169.
- D'ALPINO, P.H.P, VISMARA, M.V.G., MELLO, L.M.M., HIPOLITO, V., GONZALES, A.H.M., GRAEFF, C.F.O. (2014). Resin composite characterizations of following a simplified protocol of accelerated aging as a function of the expiration date. *J. Mech. Behav. Biom.*, **35**: 59-69.
- DARONCH, M., RUEGGERBERG, FA., DE GOES, MF. (2005). Monomer conversion of pre-heated composite. *J. Dent. Res.*, **84**: 663-667.
- DA SILVA, E.M., ALMEIDA, G.S., POSKUS, L.T., GUTMARAES, J.G.A. (2008). Relationship between the degree of conversion, solubility and salivary sorption of a hybrid and a nanofilled resin composite: Influence of the light-activation mode. *J. Appl. Oral Sci.*, **16**: 161-166.
- DAYANGAÇ, B. (2000). Kompozit Restorasyonlar. Ankara: Güneş Kitapevi Ltd. Şti.
- DE WALD, J.P., FERRACANE, J.L.A. (1987). Comparison of four modes of evaluating depth of cure og light-activated composites. *J. Dent. Res.*, **66**: 727-730.
- DICKENS, S.H., STANSBURY, J.W., CHOI, K.M., FLOYD, C.J.E. (2003). Photopolymerization kinetics of methacrylate dental resins. *Macromolecules.*, **36**: 6043-6053.
- DREXLER, P., GARCIA, GF., DOJ, JR. (1997). Surface hardness of a resin composite cured with a transparent cone. *Pediatr. Dent.*, **19**: 419-420.
- DURNER, J., OBERMAIER, J., DRAENERT, M., ILIE, N. (2012). Correlation of the degree of conversion with the amount of elutable substances in nano-hybrid dental composites. *Dent. Mater.*, **28**: 1146-1153.
- ECKERT, AS., DEDE, K., EHBRECHT, S., KLETTKE, T., SPENKUCH, A., STIPPSCHILD, S., THALACKER, C., WEINMANN, W. (2004). First cationically curing oxirane based dental filling material. Polym Preprints. *A.C.S Div. Polym. Chem.*, **45**: 343.
- EICK, J.D., KOTHA, S.P., CHAPPELOW, G.C., KILWAY, V.K., GIESE, G.J., GLAROS, A.G., PINZO, C.S. (2007). Properties of silorane-based dental resins and composites containing a stress-reducing monomer. *Dent. Mater.*, **23**: 1011-1017.
- ERNST, C.P., MEYER, G.R., KLOCKER, K., WILLERSHAUSEN, B. (2004). Determination of polymerization shrinkage stress by means of a photoelastic investigation. *Dent. Mater.* **20**: 313-321.
- ERNST, G.P., BRANDENBUSCH, M., MEYER, G., CANBEK, K., GOTTSCHALK, F., WILLERHAUSEN, B. (2006). Two-year clinical performance of a nanofiller vs a fine-particle hybrid resin composite. *Clin. Oral Invest.* **10**: 119-125.
- FERRACANE, J.L. (1985). Correlation between hadrness and degree of conversation during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent. Mater.*, **1**: 11-14.

- FERRACANE, J.L. (1995). Current trends in dental composites. *Crit. Rev. Oral Biol. Med.*, **6**: 302-318.
- FERRACANE, J.L. (2011). Resin composite-State of art. *Dent. Mater.*, **27**: 29-38.
- FILTEK SILORANE. Filtek™ Silorane Low-Shrink Posterior Restorative System Product Profile.
Erişim:http://multimedia.3m.com/mws/mediawebservlet?mwsId=SSSSSu7zK1fslxtUNY_9M8_Sev7qe17zHvTSevTSeSSSSSS. Erişim tarihi: 30.09.2013.
- FLEISCH, AF., SHEFFIELD, PE., CHINN, C., EDELSTEIN, BL., LANDRIGAN, PJ. (2010). Bisphenol A and related compounds in dental materials. *Pediatrics.*, **126**: 760-768.
- FLEMING, G.J., AWAN, M., COOPER, P.R., SLOAN, A.J. (2008). The potential of a resin-composite to be cured to a 4 mm depth. *Dent. Mater.*, **24**: 522-529.
- FORTIN, D., VARGAS, M.A. (2000). The spectrum of composites: New techniques and materials. *JADA.*, **131**: 26-30.
- GALVAO, M.R., COSTA, S.X.S., VICTORINO, K.R., RIBEIRO, A.A., MENEZES, F.C.H., RASTELLI, A.N.S., BAGNATO, V.S., ANDRADE, M.F. (2010). Influence of light guide tip used in the photo-activation on degree of conversion and hardness of one nanofilled dental composite. *Laser Phys.*, **20**: 2050-2055.
- GIANNAKOPOULOS, A.E., ZISIS, T.H. (2011). Analysis of Knoop indentation. *Int. J. Solids Struct.*, **48**: 175-190.
- GOORMAGHTIGH, E., VINCENT RAUSSENS, V., RUYSSCHAERT, J.M. (1999). Attenuated total reflection infrared spectroscopy of proteins and lipids in biological membranes. *Biochimica et Biophysica Acta.*, **1422**: 105-185.
- GRAUCHA, A., DEVEAU, P.A., JACOP, V., BAUSSAND, P. (2006). Use of FTIR spectroscopy coupled with ATR for the determination of atmospheric compounds. *Talanta.*, **68**: 1294-1302.
- HACKMANN, S.T., POHJOLA, R.M., RUEGGEBERG, F.A. (2002). Depths of cure and effect of shading using pulse-delay and continuous exposure photo-curing techniques. *Oper. Dent.*, **27**: 593-599.
- HADIS, M., LEPRINCE, J.G., SHORTALL, A.C., DEVAUX, J., LELOUP, G., PALIN, W.M. (2011). High irradiance curing and anomalies of exposure reciprocity law in resin-based materials. *J. Dent.*, **39**: 549-557.
- HAHNEL, S., HENRICH, A., BURGERS, R.,HANDEL, G., ROSENTRITT, M. (2010). Investigation of mechanical properties of modern dental composites after artificial aging for one year. *Oper. Dent.* **35**: 412-419.
- HOFMANN, N., HUGO, B., KLAIBER, B. (2002). Effect of irradiation type (LED or QTH) on photo-activated composite shrinkage strain kinetics, temperature rise and hardness. *Eur. J. Oral Sci.*, **110**: 471-479.

- HOSSEINALIPOUR, M., JAVADPOUR, J., REZAIIE, H., DADRAS, T., HAYATI, A.N. (2010). Investigation of mechanical properties of experimental Bis-GMA/TEGDMA dental composite resins containing various mass fractions of silica nanoparticles. *J. Prosthodont.*, **19**: 112-117.
- HUBBEZOGLU, I., BOLAYIR, G., DOGAN, O.M., DOGAN, A., OZER, A., BEK, B. (2007). Microhardness evaluation of resin composites polymerized by three different light sources. *Dent. Mater. J.*, **26**: 845-853.
- ILIE, N., HICKEL, R. (2006). Silorane-based dental composite: behavior and abilities. *Dent. Mater.*, **25**: 445-454.
- ILIE, N., HICKEL, R. (2009a). Investigations on mechanical behavior of dental composites. *Clin. Oral Invest.*, **13**: 427-438.
- ILIE, N., HICKEL, R. (2009b). Macro-, micro- and nano-mechanical investigations on silorane and methacrylate-based composites. *Dent. Mater.* **25**: 810-819.
- IMAZATO, S., MCCABE, J.F., TARUMI, H., EHARA, A., EBISU, S. (2001). Degree of conversion of composites by DTA and FTIR. *Dent. Mater.*, **17**: 178-183.
- JANDT, K.D., MILLS, R.W., BLACKWELL, G.B., ASHWORTH, S.H. (2000). Depth of cure and compressive strength of dental composites cured with blue emitting diodes (LEDs). *Dent. Mater.*, **16**: 41-47.
- JUNG, M., SEHR, K., KLIEMEK, J. (2007). Surface texture of four nanofilled and one hybrid composite after finishing. *Oper. Dent.*, **32**: 45-52.
- KAUPPI, M.R., COMBE, E.C.C. (2003). Polymerization of orthodontic adhesives using modern high-intensity visible curing lights. *Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.*, **124**: 316-322.
- KELSEY, W., BLANKENAU, R., POWELL, G., BARKMEYER, W., CAVEL, W., WHISENANT, B. (1989). Enhancement of physical properties of resin restorative materials by laser polymerization. *Lasers Surg. Med.*, **9**: 623-627.
- KHERAIF, A.A. (2011). Effects of curing units and the staining solutions on the color susceptibility of a microhybrid composite resin. *J. Dent. Sci.*, **6**: 33-40.
- KHERAIF, A.A., QASIM, S.S., RAMAKRISHNAIAH, R., REHMAN, I. (2013). Effect of different beverages on the color stability and degree of conversion of nano and microhybrid composites. *Dent. Mater.*, **32**: 326-331.
- KIM, KH., ONG, JL., OKUNO, O. (2002). The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. *J. Prosthet. Dent.*, **87**: 642-649.
- KOPPERUD, H.M., JOHNSEN, G.F., LAMOLLE, S., KLEVEN, I.S., WELLENDORF, H., HAUGEN, H.J. (2013). Effect of short LED lamp exposure on wear resistance, residual monomer and degree of conversion for Filtek Z250 and Tetric EvoCeram composites. *Dent. Mater.*, **29**: 824-834.
- KNEZEVIC, A., RISTIC, M., DEMOLI, N., TARLE, Z., MUSIC, S., NEGOVETIC MANDIĆ, V. (2007). Composite photopolymerization with diode laser. *Oper. Dent.*, **32**: 279-284.

- KNEZEVIC, A., ZELJEZIC, D., KOPJAR, N., TARLE, Z. (2009). Influence of curing mode intensities on cell structure cytotoxicity/genotoxicity. *Am. J. Dent.* **22**: 43-48.
- KNOBLOCH, L.A., KERBY, R.E., CLELLAND, N., LEE, J. (2004). Hardness and degree of conversion of posterior packable composites. *Oper. Dent.*, **29**: 642-649.
- KRAMER, N., REINELT, C., RICHTER, G., PETSCELT, A., FRANKENBERG, R. (2009). Nanohybrid vs fine particle composite in class II cavities: clinical results and margin analysis after four years. *Dent. Mater.*, **25**: 750-759.
- KURACHI, C., TUBOY, A.M., MAGALHAES, D.V., BAGNATO, V.S. (2001). Hardness evolution of a dental composite polymerized with experimental LED-based devices. *Dent. Mater.*, **17**: 309-315.
- LEINFELDER, K.F., LEMONS, J.E. (1988). *Clinical Restorative Materials and Techniques*. Lea & Febiger Co. Chapter 15. p.: 309-312.
- LEPRINCE, J.G., LEVEQUE, P., NYSTEN, B., GALLET, B., DEVAUX, J., LELOUP, G. (2012). New insight into the 'depth of cure' of dimethacrylate-based dental composites. *Dent. Mater.*, **28**: 512-520.
- LEUNG, R.L., KAHN, R.L., FAN, P.L. (1984). Comparison of depth of polymerization evaluation methods for photo-activated composite. *J. Dent. Res.*, **63**: 292-296.
- LIEN, W., VANDEWALLE, K.S. (2010). Physical properties of a new silorane-based restorative system. *Dent. Mater.*, **26**: 337-344.
- LOHBAUER, U., RAHIOTIS, C., KRAMER, N. (2005). The effect of light-curing units on fatigue behavior and degree of conversion of a resin composite. *Dent. Mater.*, **21**: 608-615.
- LU, H., LEE, YK., OGURI, M., POWERS, JM. (2006). Properties of a dental resin composite with a spherical inorganic filler. *Oper. Dent.*, **31**: 734-740.
- LUTZ, F., PHILLIPS, R.W. (1983). A classification and evaluation of composite resin systems. *J. Prosthet. Dent.*, **50**: 480-488.
- MAIN, C., CUMMINGS, A., MOSELEY, H., STEPHEN, K.W., GILLESPIE, F.C. (1983). An assessment of new dental ultraviolet sources and u.v.-polymerized fissure sealants. *J. Oral Rehabil.*, **10**: 215-227.
- MANHART, J., KUNZELMANN, KH., CHEN, HY., HICKEL, R. (2000). Mechanical properties of new composite restorative materials. *J. Biomed. Mater. Res.*, **53**: 353-361.
- MANTE, F.K., WADENYA, R.O., BIENSTOCK, D.A., MENDELSON, J., LaFLEUR, E.E. (2010). Effect of liquid rubber additions on physical properties of Bis-GMA based dental resins. *Dent. Mater.*, **26**: 164-168.
- MAROVIC, D., PANDURIC, V., TARLE, Z., RISTIC, M., SARIRI, K., DEMOLI, N., KLARIC, E., JANKOVIC, B., PRSKALO, K. (2013). Degree of conversion and microhardness of dental composite resin materials. *J. Mol. Struct.* **1044**: 299-302.

- MARTIN, F.E. (1998). A survey of the efficiency of visible light curing units. *J.Dent.*, **26**: 239-243.
- McCABE, J.F. (1985). Cure performance of light-activated composites by differential thermal analysis (DTA). *Dent. Mater.*, **1**: 231-234.
- McCABE, J.F. Applied Dental Materials. 7th Ed. Blackwell Scientific Publ. Chapter 12. p.:78-86.
- MENDES, L.C., TEDESCO, A.D., MIRANDA, M.S. (2005). Determination of degree conversion as function of depth of a photo-initiated dental restoration composite. *Polym. Test.*, **24**: 418-422.
- MILLS, R.W., UHL, A., JANDT, K.D. (2002a). Optical power outputs, spectra and dental composites depths of cure, obtained with blue emitting diode (LED) and halogen light curing units (LCUs). *Br. Dent. J.*, **26**: 459-463.
- MILLS, R.W., UHL, A., JANDT, K.D. (2002b). High power light-emitting diode (LED) arrays versus halogen light polymerization of oral biomaterials: Barcol hardness, compressive strength and radiometric properties. *Biomaterials.*, **24**: 2097-2103.
- MITRA, S.B., WU, D., HOLMES, B.N. (2003). An application of nanotechnology in advance dental materials. *J. Am. Dent. Assoc.*, **134**: 1382-1390.
- MOORE, B.K., PLATT, J.A., BORGES, G., CHU, T.M., KATSILIERI, I. (2008). Depth of cure of dental resin composites: ISO 4049 depth and microhardness of types of materials and shades. *Oper. Dent.* **33**: 408-412.
- MONTE ALTO, R.V., GUIMARAES, J.A., POSKUS, L.T., DA SILVA E.M. (2006). Depth of cure of dental composite submitted to different light-curing modes. *J. Appl. Oral. Sci.*, **14**: 71-76.
- MORAES, L.G.P., ROCHA, R.S.F., MENEGAZZO, L.M., ARAUJO, E.B., YUKIMITU, K., MORAES, J.C.S. (2008). Infrared spectroscopy: A tool for determination of the degree of conversion in dental composites. *J. Appl. Oral. Sci.*, **16**: 145-149.
- MURRAY, G.A., YATES, J.L., NEWMAN S.M. (1981). Ultraviolet light and ultraviolet light-activated composite resins. *J. Prosthet. Dent.*, **46**: 167-170.
- MUSANJE, L., DARVELL, B.W. (2006). Curing-light attenuation in filled-resin restorative materials. *Dent. Mater.*, **22**: 804-817.
- NOMOTO, R., UCHIDA, K., HIRASAWA, T. (1994). Effect of light intensity on polymerization of light-cured composite resins. *Dent. Mater.*, **13**: 198-205.
- NUNES, T.G., PEREIRA, S.G., KALACHANDRA, S. (2008). Effect of treating filler loading on the photopolymerization inhibition and shrinkage of a dimethacrylate matrix. *J. Mater. Sci. Mater. Med.*, **19**: 1881-1889.
- OBICI, A.C., SINHORETTI, M.A.C., FROLLINI, E., SOBRINHO, L.C., COSANI, S. (2004). Degree of conversion of Z250 composite determined by fourier transform infrared spectroscopy: Comparison of techniques, storage periods and photo-activation methods. *Mat. Res.*, **7**: 605-610.

- OBICI, A.C., SINHORETI, M.A.C., CORRER-SOBRINHO E.F.L., CONSANÍA, S. (2005). Degree of conversion and Knoop hardness Z250 composite using different photo-activation methods. *Polymer. Testing.*, **24**: 814-818.
- OBICI, A.C., SINHORETI, M.A.C., FROLLINI, E., SOBRINHO, L.C., GOES, M.F., HENRIQUES, G.E.P. (2006). Monomer conversion at different dental composite depths using six light-curing methods. *Polymer. Testing.*, **25**: 282-288.
- O'BRIEN, W.J. (2002). Dental Materials, Properties and Selection. 3 rd ED. London: Quintessence publishing Co. Inc. p.: 113.
- OREFICE, R.L., DISCACCIATI, J.A.C., NEVES, A.D., MANSUR, H.S., JANSEN, W.C. (2003). In situ evaluation of the polymerization kinetics and corresponding evolution of the mechanical properties of dental composites. *Polym. Test.*, **22**: 77-81.
- OYSIED, H., RUYTER, IE. (1986). Composites for use in posterior teeth: Mechanical properties tested under dry and wet conditions. *J. Biomed. Mater. Res.*, **23**: 1195-1211.
- PALIN, W.M., FLEMING, G.J.P., NATHWANI, H., BURKE, F.J.T., RANDALL, R.C. (2005). Invitro cuspal deflection and microleakage of maxillary premolars restored with novel low-shrink dental composites. *Dent. Mater.*, **21**: 324-335.
- PARK, S.H., KREJCI, I., LUTZ, F. (2002). Microhardness of resin composites polymerized by plazma arc or conventional visible light curing. *Oper. Dent.*, **27**: 30-37.
- PATEL, M.P., BRADEN, M., DAVY, K.W.M. (1987). Polymerization shrinkage of methacrylate esters. *Biomaterials*, **8**: 53-56.
- PERREIRA, S.G., OSORIO, R., TOLEDANO, M., NUNES, T.G. (2005). Evaluation of two Bis-GMA analogues as potential monomer diluents to improve the mechanical properties of light-cured composite resins. *Dent. Mater.*, **21**: 823-830.
- PEUTZFELD, A. (1997). Resin composites in dentistry: The monomer systems. *Eur. J. Oral Sci.*, **105**: 97-116.
- PHILIPS, R.W. (1991). Science of Dental Materials. 9 th Ed. W. B. Saunders Co. Chapter 10-12. p.:157-235.
- PIANELLI, C., DEVAUX, J., BEBELMAN, S., LELOUP, G. (1999). The micro-Raman spectroscopy, a usefull tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. *J. Biomed. Mater. Res.*, **48**: 675-681.
- PILO, R., CARDASH, S.H. (1992). Post-irradiation polymerization of different anterior and posterior visible light-activated resin composites. *Dent. Mater.*, **8**: 299-304.
- PILO, R., OELGIESSER, D., CARDASH, S.H. (1999). A survey output intensity and potential for depth of cure among light curing units in clinical use. *J. Dent.*, **27**: 235-241.

- POSKUS, L.T., PLACIDO, E., CARDOSO, P.E. (2004). Influence of placement techniques on Vickers and Knoop hardness of class II composite resin restorations. *Dent. Mater.*, **20**: 726-732.
- POWERS, J.M., SAKAGUCHI, R.L. (2006). *Craig's Restorative Dental Materials*. 12 th Ed. Elsevier Inc.
- PRICE, B.T.R., FELIX, C.A., ANDREOU, P. (2003). Evolution of a second-generation led curing light. *J. Can. Dent. Assoc.*, **69**: 666-675.
- RAHIOTIS, C., KAKABOURA, A., LOUKIDIS, M., VOUGÍOUKLAKIS G. (2004). Curing efficiency of various types of light-curing units. *Eur. J. Oral Sci.*, **12**: 89-94.
- RASTELLI, A.N.S., JACOMASSI, D.P., BAGNATO, V.S. (2008). Degree of conversion and temperature increase of a composite resin light-cured with argon laser and blue LED. *Las. Pyhs.* **18**: 1570-1575.
- RASTELLI, A.N.S., JACOMASSI, D.P., FALONI, A.P.S., QUEIROZ, T.P., ROJAS, S.S., BERNARDI, M.I.B., BAGNATO, V.S., HERNANDES, A.C. (2012). The filler content of the dental composite resins and their influence of different properties. *Microsc. Res. Tech.*, **75**: 758-765.
- RAWLS, K.J., ESQUIVEL-UPSHAW, J. (2003). Restorative resins. In: *Phillips' Science of Dental Materials*. 11th Ed. Ed: ANUSAVICE, K.J., St. Louis: W. B. Saunders, p.:154-162.
- ROJAS, S.S., FRIGO, G.J.M., BERNARDI, M.I.B., RASTELLI, A.N.S., HERNANDES, A.C., BAGNATO, V.S. (2010). Thermal and structural properties of commercial dental resins light-cured with blue emitting diodes (LEDs). *J. Therm. Anal. Calorim.*, **99**: 263-268.
- ROULET, J.F., WILSON, N.H.F., FUZZI, M. (2001). *Advance in Operative Dentistry. Challenges Of The Future*. Chicago: Quintessence Publishing Co. Inc., p: 169-172.
- RUEGGERBERG, F.A., CRAIG, R.G. (1988). Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J. Dent. Res.*, **67**: 932-937.
- RUEGGERBERG, F.A., CAUGHMAN, W.F., CURTIS, J.W. (1994). Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. *Oper. Dent.*, **19**: 26-32.
- SAMUEL, S.P., LI, S., MUKHERJEE, I., GUO, Y., PATEL, AC., BARAN, G., WEI, Y. (2009). Mechanical properties of experimental dental composites containing a combination of mesoporous and nonporous spherical silica as fillers. *Dent. Mater.*, **25**: 296-301.
- SCHERZER, T., DECKER, U. (1999). Real-time FTIR-ATR spectroscopy to study the kinetics of ultrafast photopolymerization reactions induced by monochromatic UV light. *Vib Spectrosc.*, **19**: 385-398.
- SCHIMITT J., FLEMMING H.C. (1998). FTIR-spectroscopy in microbial and material analysis. *Int. Biodeterioration & Biodegradation* **41**: 1-11.

- SCHMALZ, G., SCHWEKL, H. (2001). Cytotoxic and mutagenic effects of oxiranes and siloranes in mammalian cells. *J. Dent. Res.*, **80**: 233.
- SCHWEIKL, H., SCHMALZ, G., WEINMANN, W. (2004). The induction of gene mutations and micronuclei by oxiranes and siloranes in mammalian cells in vitro. *J. Dent. Res.*, **83**: 17-21.
- SHAHADAD, S.A., MCCABE, J.F., BULL, S., RUSBY, S., WASSELL, R.W. (2007). Hardness measured with traditional Vickers and Martens hardness methods. *Dent. Mater.*, **23**: 1079-1085.
- SHARKEY, S., RAY, N., BURKE, F., ZIADA, H., HANNIGAN, A. (2001). Surface hardness of light activated resin composites cured by two different visible sources: an in vitro study. *Quintessence Int.*, **32**: 401-405.
- SHIN, M.A., DRUMMOND, J.L. (1999). Evaluation of chemical and mechanical properties of dental composites. *J. Biomed. Mater. Res.*, **48**: 540-545.
- SHIN, D., RAWLS, H.R. (2009). Degree of conversion and color stability of the light curing resin with new photoinitiator systems. *Dent. Mater.*, **25**: 1030-1038.
- SHORTALL, A.C., PALIN, W.M., BURTSCHER, P. (2008). Refractive index mismatch and monomer reactivity influence composite curing depth. *J. Dent. Res.*, **87**:84-88.
- SILVA, F.F., MENDES, L.C., FERREIRA, M., BENZI, M.R. (2007). Degree of conversion versus depth of polymerization of an organically modified ceramic dental restoration composite by Fourier Transform Infrared Spectroscopy. *J. Appl. Polym. Sci.*, **104**: 325-330.
- SODORHOLM, K.J., MARIOTTI, A. (1999). Bis-GMA based resins in dentistry: are they safe? *J. Am. Dent. Assoc.*, **130**: 201-209.
- SOH, M.S., YAP, A.U.J., SELLINGER, A. (2007). Physicomechanical evaluation of low-shrinkage dental nanocomposites based on silsesquioxane cores. *Eur. J. Oral Sci.* **115**: 230-238.
- SPAGNUOLO, G., ANNUNZIATA, A., RENGO, S. (2004). Cytotoxicity and oxidative stress caused by dental adhesive systems cured with halogen and LED lights. *Clin. Oral Investig.*, **8**: 81-85.
- STAHL, F., ASHWORTH, S.H., JANDT, K.D., MILLS, R.W. (2000). Light-emitting diode (LED) polymerization of dental composites: flexural properties and polymerization potential. *Biomaterials*, **21**: 1379- 1385.
- STANSBURY, J.W. (2000). Curing dental resins and composites by photopolymerization. *J. Esthet. Dent.*, **12**: 300-308.
- STURDEVANT, C.M., ROBERSON T.M., HEYMANN E.O., STURDEVANT, J.R. (1995). The Art and Science of Operative Dentistry. ST. Louis Mosby-Year Book, Inc., p.: 252-263.
- SUZUKI, T., KYOIZUMI, H., KANEHIRA, M., ENDO, T., UTTERODT, A., HISAMITSU, H., KOMATSU, M. (2009). Resistance of nanofill and nanohybrid resin composites to toothbrush abrasion with calcium carbonate slurry. *Dent. Mater. J.*, **28**: 708-716.

- TAIRA, M., URABE, H., HIROSE, T., WAKASA, K., YAMAKI, M. (1988). Analysis of photoinitiators in visible-light cured dental composite resins. *J. Dent. Res.*, **67**: 24-28.
- TARLE, Z., MENIGA, A., RISTIC, M. (1998). The effect of photopolymerization method on the quality of composite resin samples. *J. Oral Rehab.*, **25**: 436-442.
- TESHIMA, W., NOMURA, Y., TANAKA, N., URABE, H., OKAZAKI, M., NAHARA, Y. (2003). ESR study of camphorquinon/amine photoinitiator systems using blue emitting diodes (LEDs). *Biomaterials*, **24**: 2097-2103.
- THALACKER, C., HEUMANN, A., WEINMANN, W., GUGGENBERGER, R.L., SYREK, A. (2004). Marginal integrity of class V silorane and methacrylate composite restorations. *J. Dent. Res.*, 83: SI-A., abstr. No. 1364.
- THALACKER, C., HEUNMANN, A., HAMPE, R., WEINMANN, W., GUGGENBERGER, R.L., SYREK, A. (2005). Marginal integrity of silorane and methacrylate restorations after load cycle. *J. Dent. Res.*, 84: SI-A., No. 0277.
- THOMAIDIS, S., KAKABOURA, A., MUELLER, W.D., ZINELIS, S. Mechanical properties of contemporary composite resins and their interrelations. *Dent. Mater.*, **29**: 132-141.
- THONGNOPKUN, P., EKGASIT, S. (2005). FTIR Spectra of faceted diamonds and diamond simulants. *Diamond and Related Materials.*, **14**: 1592-1599.
- THONGNOPKUN, P., EKGASIT, S. (2006). Attenuated total reflection Fourier transform infrared spectra of faceted diamonds. *Analytica Chimica Acta.*, **576**: 130-135.
- TIRTHA, R., FAN, P.L., DENNISON, J.B., POWERS, J.M. (1982). In vitro depth of cure of photo-activated composites. *J. Dent., Res.* **61**: 1184-1187.
- TONETTO, M.R., PINTO, S.C., RASTELLI ADE, N., BORGES, A.H., SAAD, J.R., PEDRO, F.L., DE ANDRADE, M.F., BANDECA, M.C. (2013). Degree of conversion of polmer-matrix composite assessed by FTIR analysis. *J. Contemp. Dent. Pract.*, **14**: 76-79.
- TURBINO, M.L., BELAN, L.C., SOPRANO, V., MARTIS RODE, K., RAMOS, L.P., NICOLAU, Y.M. (2011). Argon ion laser curing depth effect on a composite resin. *Lasers Med. Sci.* **26**: 421-425.
- TURSSI, C. P., SAAD, J.R., DUARTE, S.L., RODRIGUES, A.L. (2000). Composite surfaces after finishing and polishing techniques. *Am. J. Dent.*, **13**:136-138.
- TURSSI, C.P., FERRACANE, J.L., SERRA, M.C. (2005). Abrasive wear of resin composites as related to finishing and polishing procedures. *Dent. Mater.*, **21**: 641-648.
- UHL, A., MILLS, R.W., VOWLES, R.W., JANDT, K.D. (2002). Knoop hardness depth profiles and compressive strength of selected dental composites polymerized with halogen and LED light curing technologies. *J. Biomed. Mater Res.*, **63**: 729-738.
- UHL, A., SIGUSCH, B.W., JANDT, K.D. (2004). Second generation LEDs for the polymerization of oral biomaterials. *Dent. Mater.*, **20**: 80-87.

- URE, D., HARRIS, J. (2003). Nanotechnology in dentistry: reduction to practice. *Dent. Update.*, **30**: 10-15.
- VANKERCKHOVEN, H., LAMBRECHTS, P., VAN BEYLEN, M., DAVIDSON, J.L., VANHERLE, G. (1982). Unreacted methacrylate groups on the surface of composite resins. *J. Dent. Res.*, **61**: 791-795.
- VAN MEERBEK, V., PERTIGAO, J., LAMBRECHTS, P., VANHERLE, G. (1998). The clinical performances of adhesives. *J. Dent.*, **26**: 1-20.
- VANDEWALLE, K.S., FERRACANE, J.L., HILTON, T.J., ERICKSON, R.L., SAKAGUCHI, R.L. (2004). Effect of energy density on properties and marginal integrity of posterior resin composite restorations. *Dent. Mater.*, **20**:96-106.
- VANHERLE, G., SMITH, D.C. (1985). Posterior composite resin dental restorative materials. Minnesota Mining Co. p.:94-134.
- VIGANO, C., RUYSSCHAERT, J.M., GOORMAGHTIGH, E. (2005). Sensor applications of attenuated total reflection infrared spectroscopy. *Talanta.*, **65**: 1132-1142.
- WATTS, DC., AMER, OM., COMBE, EC. (1987). Surface hardness development in light cured composite. *Dent. Mater.*, **3**: 265-269.
- WEINMANN, W., THALACKER, C., GUGGENBERGER, R. (2005). Siloranes in dental composites. *Dent. Mater.*, **21**: 68-74.
- WENDL, B., DROSCHL, H., KERN, W. (2004). A comparative study of polymerization lamps to determine the degree of cure of composites using infrared spectroscopy. *Eur. J. Orthod.*, **26**: 545-551.
- WILDER, JR. A.D., MAY, JR. K.N., BAYNE, S.C., TAYLOR, D.F., LEINFELDER, K.F. (1999). Seventeen-year clinical study of ultraviolet-cured posterior composite Class I ve II restorations. *J. Esthet. Dent.*, **11**: 135-142.
- WILLEMS, G., LAMBRECHTS, P., BRAEM, M., VANHERLE, G. (1993). Composite resins in 21st century. *Quintessence Int.*, **24**: 641-657.
- WILSON, NHF. (1990). The evaluation of materials: Relationship between laboratory investigations and clinical studies. *Oper. Dent.*, **15**: 149-155.
- WITZELA, M.F., CALHEIROSA, F.C., GONCALVESA, F., KAWANOB, Y., BRAGAA, R.R. (2005). Influence of photoactivation method on conversion, mechanical properties, degradation in ethanol and contraction stress of resin-based materials. *J. Dent.*, **33**: 773-779.
- YAN, Y.L., KIM, Y.K., KIM, K-H., KWON, T-Y. (2010). Changes in degree of conversion and microhardness of dental resin cements. *Oper. Dent.*, **35**: 203-210.
- YAP, A.U., TAN, C.H., CHUNG, S.M. (2004). Wear behavior of new composite restoratives. *Oper. Dent.*, **29**: 269-274.

- YOLDAS, O., AKOVA, T., UYSAL, H. (2004). Influence of different indentation load and dwell time on Knoop hardness tests of composite materials. *Polym. Test.*, **23**: 343-346.
- YOON, T.H., LEE, Y.K., LIM, B.S., KIM, C.W. (2002). Degree of polymerization of resin composites by different light sources. *J. Oral Rehabil.*, **29**: 1165-1173.
- YORULMAZ, E. (2005). Yüksek lisans tezi. Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- ZAKARIASEN, K. (1993). Shedding new light on lasers. Some timely words of caution for readers. *J. Am. Dent. Assoc.*, **124**: 30-51.

ÖZGEÇMİŞ

I. Bireysel Bilgiler

Adı : Ceren
Soyadı : Koser
Doğum Yeri ve Tarihi : Giresun- 23/11/1984
Uyruđu : TC
Medeni Durumu : Bekar
İletişim Adresi ve Telefonu : Cami Mah. Ali Arıcan Cad. 29/4
Darıca/KOCAELİ

II. Eğitimi

2008-2014 Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı Doktora programı
2002-2007 Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi
1999-2002 Trabzon Yomra Fen Lisesi
1995-1999 Giresun Hamdi Bozbağ Anadolu Lisesi
1990-1995 Giresun Cumhuriyet İlköğretim Okulu
Yabancı Dili: İngilizce

III. Ünvanları

2007 Diş Hekimi
2011 Araştırma Görevlisi

IV. Mesleki Deneyimi

2007-2008 Şerife Ünverdi Diş Kliniđi/Diş hekimi
2008-2014 Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Diş Hastalıkları Tedavisi A.D./Doktora Öğrencisi
2014 Darıca Ağız ve Diş Sağlığı Merkezi/Diş Hekimi

V. Bilimsel İlgi Alanları

Yayınları:

Ulusal Dergilerde Yayımlanan Makaleler

1. KOSER, C., NALCACI, A. 2011. Çürükten etkilenmiş dentin/adeziv bağlantısına yönelik güncel uygulamalar. *On Dokuz Mayıs Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi*, 12(2): 81-88.
2. KOSER, C., NALCACI, A. 2011. Çürük prevalansındaki yaklaşımlar ve karyogram konsepti. *Cumhuriyet Dent. J.*, 14(3): 230-245.
3. AYTAC, F., ERKLI, H., KOSER, C., ERSOZ, E. 2012. CPP-ACP'nin Remineralizasyon potansiyelinin incelenmesi. *Türkiye Klinikleri J. Dental Sci.*, 18(3): 258-263.

Posterler:

1. KOSER, C., NALCACI, A. Farklı enerji densitelerinin kompozitin polimerizasyon derinliğine etkisi. Ege Bölgesi Diş Hekimleri Odası Uluslararası Bilimsel Kongre ve Sergisi, 2009.
2. AYTAC, F., ERKLI, H., KOSER, C., ERSOZ, E. CPP-ACP'nin remineralizasyon potansiyelinin incelenmesi. Ege Bölgesi Diş Hekimleri Odası Uluslararası Bilimsel Kongre ve Sergisi, 2011.
3. KOSER, C., NALCACI, A. Farklı monomer yapıdaki kompozit rezinlerde polimerizasyon öncesi ve sonrası renk stabilitesinin değerlendirilmesi. Ege Bölgesi Diş Hekimleri Odası Uluslararası Bilimsel Kongre ve Sergisi, 2012.

VI. Bilimsel Etkinlikler

Seminerler

- Çürük prevalansındaki yeni yaklaşımlar ve karyogram konsepti, 2009
- Çürükten etkilenmiş dentin/adeziv bağlantısına yönelik güncel uygulamalar, 2010