

Üniversal adezivlerin dentine mikro-gerilim bağlanma dayanımlarının değerlendirilmesi

Microtensile bond strength evaluation of universal adhesives to dentine

Dr. Öğr. Üyesi Nazlı Şirinsükan

Yeditepe Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi,
Restoratif Diş Tedavisi A.D., İstanbul
Orcid ID: 0000-0002-7556-2249

Uzm. Dt. Zeynep Batu

Yeditepe Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi,
Restoratif Diş Tedavisi A.D., İstanbul
Orcid ID: 0000-0002-1755-6633

Prof. Dr. Esra Can

Yeditepe Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi,
Restoratif Diş Tedavisi A.D., İstanbul
Orcid ID: 0000-0003-3585-4949

Geliş tarihi: 24 Aralık 2020

Kabul tarihi: 30 Nisan 2021

doi: 10.5505/yeditepe.2022.05025

Yazışma adresi:

Dr. Öğr. Üyesi Nazlı Şirinsükan
Yeditepe Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi,
Restoratif Diş Tedavisi A.D. Bağdat Cad. No:238
34728 İstanbul
Tel: 00905327023951
E-posta: nazli.sirinsukan@yeditepe.edu.tr

ÖZET

Amaç: Bu çalışmanın amacı beş farklı üniversal adezivin iki farklı uygulama modunda (etch&rinse ve self-etch) dentine mikro-gerilim bağlanma dayanımlarını μ TBS altın standart olarak kabul edilen üç basamaklı bir etch&rinse adeziv ve iki basamaklı bir self-etch adeziv ile karşılaştırmaktır.

Materyal ve Metod: Otuz altı adet çürüksüz insan üçüncü molar dişi rastgele olarak 12 gruba ayrıldı (n=3). Her gruptaki dişlerin oklüzal minesini su soğutması altında aşındırıldı ve dentin yüzeyindeki smear tabakası su soğutması altında 600 grit SiC zımpara ile standardize edildi. Üniversal adezivler üretici firmaların talimatları doğrultusunda; Clearfil Universal Bond, self-etch [CUSE], etch&rinse [CUER]; Single Bond Universal, self-etch [SUSE], etch&rinse [SUER]; All-Bond Universal, self-etch [ALSE], etch&rinse [ALER]; iBond Universal, self-etch [iBSE], etch&rinse [iBER]; G-Premio Bond Universal, self-etch [GPSE], etch&rinse [GPER] olarak uygulandı. Etch&rinse için Optibond FL [OFL], self-etch için ise Clearfil SE Bond [CSE] kontrol grubu olarak kullanıldı. Adeziv uygulamasından sonra dişlerin oklüzal yüzeylerinde rezin kompozit (Filtek Z250; A2) ile 5mm kalınlıkta built-up yapıldı, örnekler 24 saat 37 0C'de bekletildi ve 1 mm² dentin-kompozit çubuklarına ayrılarak (Isomet) üniversal test cihazında mikro-gerilim testine (MPa; n:20; 0.5mm/dk) tabii tutuldu. Veriler two-way ANOVA ve post-hoc Tukey testleri kullanılarak analiz edildi (p<0.05).

Bulgular: Aynı adezivin farklı uygulama modları karşılaştırıldığında, GPER, iBER ve ALER ile elde edilen μ TBS değerleri GPSE, iBSE ve ALSE'den istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksek bulundu (p<0,05). CUER ve CUSE ile SUER ve SUSE arasında ise istatistiksel olarak anlamlı fark saptanmadı (p>0,05). Adezivler etch&rinse modunda birbirleriyle karşılaştırıldığında, istatistiksel olarak en yüksek μ TBS değeri kontrol grubu OFL ile elde edildi (p<0,05), GPER, iBER ve SUER arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmadı (p>0,05) ve istatistiksel olarak en düşük değerler ALER ve CUER ile saptandı (p<0,05). Adezivler self-etch uygulama modunda karşılaştırıldığında, istatistiksel olarak en yüksek μ TBS CUSE, SUSE ve GPSE ile elde edildi (p<0,05) ve kontrol grubu CSE ile aralarında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmadı (p>0,05).

Sonuç: Üniversal adezivlerin dentine bağlanma performansları kullanılan materyale ve seçilen uygulama moduna bağlıdır. Altın standart olarak kabul edilen üç basamaklı etch&rinse adeziv sistemi ile en yüksek bağlanma değerleri elde edilmiştir, ancak farklı üniversal adezivlerin her iki uygulama modu da altın standart olarak kabul edilen iki basamaklı self-etch adeziv sistemi ile benzer bağlanma dayanımı göstermiştir.

Anahtar kelimeler: Üniversal adeziv, mikrogerilim bağlanma dayanımı, adezyon

SUMMARY

Aim: To compare the microtensile bond strengths (μ TBS) of five universal adhesives applied in two different etching modes (etch&rinse and self-etch) with a reference gold standard three-step etch&rinse and a two-step self-etch adhesive.

Materials and Method: 36 non-carious human third molars were divided into 12 groups (n=3) randomly. The occlusal enamel were removed and smear layer on the mid coronal dentin surfaces were created using 600 SIC paper under running water. Clearfil Universal Bond, self-etch [CUSE] and etch&rinse [CUEr]; Single Bond Universal, self-etch [SUSE] and etch&rinse [SUEr]; All-Bond Universal, self-etch [ALSE] and etch&rinse [ALEr]; iBond Universal, self-etch [iBSe] and etch&rinse [iBER]; G-Premio Bond Universal self-etch [GPSe] and etch&rinse [GPEr] were applied according to their manufacturer's instructions. Optibond FL [OFL] was applied as etch&rinse control group whereas Clearfil SE Bond [CSE] was used as self-etch control. After adhesive application 5 mm composite (Filtek Z250; A2) build ups were performed then specimens were stored in water (37OC/24 h) and sectioned into 1mm2 sticks and microtensile test (MPa; n=20; 0.5 mm/min) was performed using an universal testing machine (Instron). Data were analyzed with two-way ANOVA and post-hoc Tukey's tests (p <0.05).

Results: Comparing different application modes of the same adhesive, statistically significant higher μ TBS were found in GPEr, iBER and ALEr than GPSe, iBSe and ALSE groups (p <0.05). There were no statistically significant differences were between CUEr and CUSE, SUEr and SUSE (p> 0.05). When adhesives compared to each other in etch&rinse mode; OFL yielded statistically significant highest μ TBS (p<0.05) while no statistically significant differences were found between GPEr, iBER and SUEr (p>0,05) and statistically the lowest values were observed in ALEr and CUEr (p<0.05). When adhesives compared to each other in self-etch mode; statistically highest μ TBS was observed in CUSE, SUSE and GPSe (p<0.05) and no statistically significant differences were found with the control group CSE (p>0.05).

Conclusion: Bonding performance of universal adhesives were material and etching mode-dependent. The gold standard three-step etch&rinse adhesive showed the highest μ TBS overall the adhesives regardless of etching modes, while two universal adhesive showed similar μ TBS with the reference gold standart two-step self-etch adhesive.

Key words: Universal adhesive, microtensile bond strength, adhesion.

GİRİŞ

Adeziv diş hekimliğinin gelişimi, 1955 yılında, fosforik asit uygulaması ile mineye restoratif materyallerin bağlanmasını artırdığını keşfeden Dr. Buonocore'a¹ kadar uzanmaktadır. Buonocore, Gwinnett ve Matsui tarafından yapılan araştırmalar ile, asit ile demineralize edilen mineye rezin infiltrasyonu ve rezin tag oluşumu ile mikromekanik bağlanmanın meydana geldiği belirtilmiştir.² Fosforik asit ile mine yüzeyinde elde edilen bağlanmanın uzun dö-

nemli ve son derece güvenilir olduğu kanıtlanırken, dentine bağlanmada farklılıklar olabileceği ve bu durumun büyük ölçüde iki doku (mine ve dentin) arasındaki morfolojik, histolojik ve yapısal değişikliklerden kaynaklandığı belirtilmiştir.³ Dentin canlı, dinamik ve oldukça değişken bir dokudur. Yüzeysel, orta ve derin dentin yapısal, fiziksel ve kimyasal olarak farklılık göstermektedir. Dentin dokusunun heterojenitesi, hidrofilik yapısı ve preparasyon sonrası oluşan smear tabakası gibi etkenler bu dokuya adezyonu mineye kıyasla daha zor hale dönüştürmektedir. İki doku arasındaki organik ve inorganik yapı değişiklikleri restoratif materyallerin bu yapıya adezyonunda kullanılan adeziv sistemlerin de uzun dönem bağlanma dayanımlarını etkilemektedir. İdeali mine ve dentinin yapısal farklılıklarına rağmen adeziv sistemlerin bu iki yapıya eşit bağlanma kapasitesinde olmalarıdır.⁴ Nakabayashi ve ark.'ları (1982) tarafından dentin hibridizasyonunun gösterilmesi ile, daha önceleri güvenilir olarak kabul edilen tedavi prosedürlerinin, klinik olarak uygulanabilir hale gelmesi diş hekimliğinde bir kilometre taşı olarak adlandırılmaktadır. Rezin-dentin bağlanmasındaki bu geniş kapsamlı devrim ile farklı adeziv sınıfları ve yeni bağlanma stratejileri ortaya çıkmıştır.^{5,6} Güncel olarak piyasada kullanılan adeziv sistemler diş sert dokularına bağlanma stratejilerine göre 2 temel kategoride sınıflandırılabilir: etch&rinse ve self-etch adezivler.⁶ Etch&rinse sistemler, smear tabakasını ortadan kaldırıp, daha fazla yüzeysel hidroksiapatit kristallerini demineralize etmek için asit uygulaması ve sonrasında da yıkama aşaması gerektirirler.⁷ Bu şekilde minede hidroksiapatit kristallerinde selektif olarak meydana gelen demineralizasyon alanlarına mikromekanik, dentinde ise hidroksiapatit kristallerinin demineralizasyonu sonucunda açığa çıkan kollajen dokusuna sağlanan mikromekanik adezyon ile bağlanma sağlanmaktadır. Asidin gerektiğinden uzun süre uygulanması, demineralize dentinin aşırı kurutulması ya da fazla nemli bırakılması etch&rinse adezivlerin bağlanmasını azaltan önemli etkenlerdir.⁸ Etch&rinse adeziv sistemlerinin uygulama sırasındaki teknik hassasiyetlerinin yüksek olması, uygulama sürelerinin uzunluğu ve yanlış uygulamalar sonucu görülebilen post-operatif hassasiyet problemleri self-etch adeziv sistemlerinin geliştirilmesini sağlamıştır. Self-etch adezivlerde eş zamanlı olarak demineralizasyon ve hibridizasyonun sağlanabilmesi için ortamdan uzaklaştırılmayan asidik monomerler kullanılır. Bu sistemlerde asidin uygulama ve yıkama aşaması kaldırıldığından hem klinik uygulama süresi kısaltılmış, hem de teknik hassasiyet, yani uygulama sırasında oluşabilecek hata oranı büyük ölçüde azaltılmıştır. Bu sistemlerle klinik uygulama sırasında dentin tübülleri açığa çıkarılmadığı için işlem sonrası oluşabilecek hassasiyetin azaldığı bildirilmiştir.^{9,10} Yapılan in-vivo ve in-vitro çalışmalarda her ne kadar diş sert dokularına ideal adezyon için 3 basamaklı etch&rinse adeziv-

ler altın standart olarak gösterilse de, günümüzde güncel uygulama basamakları azaltılarak basitleştirilmiş self-etch adezivlerin kullanımı yaygındır ve iki basamaklı bir self-etch adeziv de altın standart olarak kabul edilmektedir.⁵

Yakın zamanda piyasaya sürülen “üniversal adezivler” tek basamaklı self-etch adezivlerin yapısında meydana getirilen modifikasyonlar sonucunda üretilmiş ve hem self-etch hem de etch&rinse uygulama moduna sahip materyaller olarak piyasaya sürülmüştür. Amaç tek bir adeziv sistem ile farklı klinik durumlarda her iki yaklaşımın avantajlarına sahip bir materyal oluşturmaktır.^{11,12} Bu durum, rezin karışımının pH'nın azaltılması ve daha az asidik monomerlerin, çapraz bağlanan monomerlerin ve çözücülerin uygun şekilde karıştırılmasıyla gerçekleştirilmiştir. Bu nedenle, günümüzde yaygın olarak kullanılan üniversal adezivler pH'larına göre ultra zayıf (pH > 2.5), zayıf (pH ≈ 2) ve orta (pH ≈ 1.5) olarak kategorize edilen düşük asidik içerikli adezivlerdir.¹³

Bu çalışmanın amacı, farklı pH özelliklerine sahip beş farklı üniversal adezivin etch&rinse ve self-etch uygulama modunda dentine mikro-gerilim bağlanma dayanımlarını (µTBS) altın standart olarak kabul edilen üç basamaklı bir etch&rinse adeziv ve iki basamaklı bir self-etch adeziv ile karşılaştırmaktır. Çalışmanın birinci sıfır hipotezi; test edilen üniversal adezivlerin etch&rinse ve self-etch uygulama modları arasında dentine mikro-gerilim bağlanma dayanımları arasında fark yoktur. İkinci sıfır hipotezi ise, üniversal adezivler ile altın standart olarak kabul edilen etch&rinse ve self-etch adezivlerin dentine mikro-gerilim bağlanma dayanımları arasında fark yoktur.

GEREÇ VE YÖNTEM

Çalışmada 5 adet üniversal adeziv [Single Bond Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, ABD), Clearfil Universal (Kuraray, Osaka, Japonya), All-Bond Universal (Bisco, Schaumburg, IL, ABD), iBond Universal (Kulzer GmbH, Almanya), G-Premio Bond (GC, Tokyo, Japonya)] ile bir adet 3 basamaklı etch&rinse adeziv (Optibond FL, Kerr, Orange, CA, ABD) ve bir adet iki basamaklı self-etch adeziv sistemi (Clearfil SE Bond, Kuraray, Osaka, Japonya) kullanıldı. Kullanılan adeziv sistemler, içerikleri ve uygulama talimatları Tablo 1'de gösterilmiştir.

Tablo1. Çalışmada kullanılan adeziv sistemler, içerikleri ve uygulama talimatları.

Ürün İsmi Firma	İçerik	Uygulama Talimatı
Clearfil SE Bond Kuraray Osaka, Japonya (pH: 2)	Primer: HEMA, MDP, Hidrofilik dimetakrilat, su, etanol, dl-kamforinon, N, N-Dietanol-p-toluidin Adeziv: HEMA, MDP, Bis-GMA, A Hidrofilik dimetakrilat, dl-kamforinon, N, N-Dietanol-p-toluidin, silanat koloidal silika	Primeri 20 sn fırça ile uygula Basıncılı hava ile solventi yüzeyden uzaklaştır Bondu 10 sn fırça ile uygula Uniform bir tabaka oluşana kadar yüzeye basıncılı hava uygula. LED ışık cihazı ile 10 sn polimerize et.
Optibond FL Kerr Orange, CA, ABD (pH: 1,8)	35% fosforik asit Primer: HEMA, GPDM, MMEP, su, etanol, fotoinisiyatör ve BHT Adeziv: Bis-GMA, HEMA, GPDM, GDMA, CQ, doldurucular	Dentin yüzeyine 15 sn %37' lik fosforik asit uygula Hava-su spreyi ile tamamen yıkayıp kurula, Primeri dentin yüzeyine 15 sn uygula, 5 sn hafifçe hava ile kurut. Bondu dentin yüzeyine 15 sn uygula. LED ışık cihazı ile 10 sn polimerize et.
Single Bond Universal 3M ESPE St. Paul, MN, ABD (pH: 2,7)	10-MDP, dimetakrilat rezinler, HEMA, metakrilatmodifiye polialkenoik asit kopolimeri, doldurucu, etanol, su, iniciatörler, silan	Self-etch:20 sn mikrofırça ile uygula 5 sn yüzeye basıncılı hava tut LED ışık cihazı ile 10 sn polimerize et. Etch&rinse: Dentini 15 sn asitle, hava-su spreyi ile yıka, kurut ve self-etch tekniğini uygula
Clearfil Universal Kuraray Osaka, Japonya (pH: 2,3)	10-MDP, Bisfenol A diglisidmetakrilat, hidroksietil metakrilat, etanol, hidrofilik alifatik metakrilat, koloidal silika, kamforinon, silan, akselatör, iniatör, su	Self-etch: uygulama fırçasını kullanarak tüm kavite duvarına 10 saniye boyunca aktif uygulamaya yap 5 sn hafifçe kurut LED ışık cihazı ile 10 sn polimerize et. Etch&rinse: Dentini 15 sn asitle, hava-su spreyi ile yıka, kurut ve self-etch tekniğini uygula
All-Bond Universal Bisco, Schaumburg, IL, ABD (pH: 3,2)	Bis-GMA, HEMA, 10-MDP, etanol, başlatıcılar, su,	Self-etch: Adezivi dentin yüzeyine 15 sn ovalayarak iki tabaka şeklinde uygula, 10 sn hava ile kurut ve LED ışık cihazı ile 10 sn ışıkla polimerize et. Etch&rinse: Dentini 15 sn asitle hava-su spreyi ile yıka, kurut ve self-etch tekniğini uygula
iBond Universal Kulzer GmbH, Almanya (pH: 1,6-1,8)	4-META, MDP, metakrilat, aseton, su	Self-etch: Adezivi 20 sn mikrofırça ile uygula 5 sn yüzeye basıncılı hava tut LED ışık cihazı ile 10 sn polimerize et. Etch&rinse: Dentini 15 sn asitle, hava-su spreyi ile yıka, kurut ve self-etch tekniğini uygula
G-Premio Bond GC, Tokyo, Japonya (pH: 1,4-1,8)	MDP, 4-MET, MDTP, Metakrilat Monomer, Aseton, Su, Başlatıcı, Silika dolgu maddesi	Self-etch: Adezivi uygulama fırçasını kullanarak tüm kavite duvarlarına sür 10 saniye bekle 5 sn max hava ile kurut LED ışık cihazı ile 10 sn polimerize et. Etch&rinse: Dentini 15 sn asitle hava-su spreyi ile yıka, kurut ve self-etch tekniğini uygula

Dişlerin seçimi ve hazırlanması

Çalışma protokolü, Yeditepe Üniversitesi Tıp Fakültesi Klinik Araştırmalar Etik Kurulu tarafından onaylanmıştır (KA EK Karar no:1412). Çalışmada son 6 ay içinde çekilmiş 36 adet sağlam, apeksifikasyonu tamamlanmış insan üçüncü molar dişi kullanıldı. Çatlak, çekim travması olan ve çekimden sonra kuru ortamda saklanan dişler çalışmaya dahil edilmedi. Dişlerin üzerindeki yumuşak doku artıkları kemik parçacıkları periodontal bir küret yardımı ile uzaklaştırıldıktan sonra dişler pomza kullanılarak temizlendi ve oda sıcaklığında kullanılabilecek kadar %0,1'lik timol solüsyonunda en fazla 6 ay bekletildi. Dişlerin içinde bulunduğu solüsyonlar deneyler başlayana kadar her hafta değiştirildi.

Dişlerin gruplandırılması ve dentin yüzeylerinin standardize edilmesi

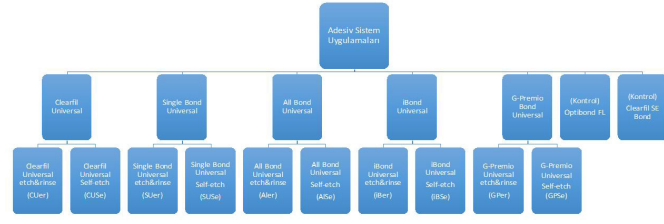
Dişler her grupta 3 diş olacak şekilde rastgele 12 gruba ayrıldı. Dişlerin oklüzal mineleri su soğutması altında #180 grit silikon karbid zımpara ile uzaklaştırıldı.¹⁴ Orta dentin yüzeyi hazırlanırken, pulpa odası üzerinde yeterli kalınlıkta dentin bulunmasına dikkat edildi. Smear tabakasının standardizasyonu için oklüzal yüzey su soğutması altında sırasıyla #240, #400 ve #600 grit silikon karbid zımpara ile

standardize edildi.

Çalışma Dizaynı ve örneklerin hazırlanması

Çalışmadaki gruplar Tablo 2'de gösterilmiştir.

Tablo 2. Çalışma ve kontrol grupları (n=3).



Adeziv sistemler üretici firmaların talimatlarına göre uygulandı ve polimerize (Demi Ultra, Kerr USA; 1100mW/cm²) edildi. Ardından tüm dentin yüzeyine 5 mm yüksekliğinde ve 2 mm çapında standart yuvarlak plastik kalıplar yerleştirildi ve rezin kompozit 2mm tabakalar halinde (Filtek Z250 A2; 3M ESPE, St. Paul, MN, ABD) uygulandı ve her bir kompozit tabakası 20 sn polimerize edildi.

Mikro-gerilim Testi (μ TBS)

Dişler dentin yüzeyinde hazırlanan kompozitin polimerizasyonundan sonra 24 saat 37°C'de distile su içerisinde bekletildi. Daha sonra dişlerin kökleri mine-sement sınırının 2 mm altından su soğutması altında düşük hızlı kesme cihazı (Isomet 1000, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA) ile uzaklaştırıldı. Dişler düşük hızlı kesme cihazı ile kompozit ve dişten oluşan 1 mm²'lik kesitli test çubuklarına ayrıldı. Her bir dişten pulpa odası tavanının üstüne denk gelen merkezi dentin bölgesinden bağlanma yüzey alanı yaklaşık 1 mm² olan kompozit rezin-dentin çubukları bağlanma deneyi için ayrıldı (n=20). Kompozit rezin-dentin çubukları bağlanma dayanımı ölçümü için universal test cihazına (Instron) adapte edilen Bencor Micro Testing Device'a bir siyanoakrilat yapıştırıcı (Pattex, France) ile yapıştırıldı ve örnekler kırılana kadar 0,5 mm/dk hız ve 100 N kuvvet uygulandı. Bir dijital mikrometre (Mitutoyo, Japonya) ile test çubuklarının kenar uzunlukları ölçülerek bağlanma yüzey alanı hesaplandı. Newton cinsinden elde edilen sonuçlar yüzey alanına bölünerek MPa'a çevrildi. Çalışma verilerinin istatistiksel analizi IBM SPSS Statistics 22 ile değerlendirildi (p<0.05; IBM SPSS, Turkey). Veriler two-way ANOVA ve post-hoc Tukey testleri kullanılarak analiz edildi (p<0.05).

BULGULAR

Çalışmada kullanılan üniversal adezivlerin etch&rinse ve self-etch modlarındaki uygulamaları ile kontrol grubu olarak kullanılan 3 basamaklı etch&rinse ve 2 basamaklı self-etch adezivlerin dentine ortalama μ TBS değerleri (MPa) ve standart sapmaları Tablo 3'de gösterilmektedir.

Tablo 3. Çalışmada kullanılan adezivlerin dentine ortalama (\pm standart sapma) mikro-gerilim bağlanma dayanımları (μ TBS; MPa).

Adeziv sistem	etch&rinse	self-etch
G Premio Bond	36,48±5,56 ^{ab}	33,08±5,04 ^{B,abc}
iBond Universal	34,03±5,81 ^{A,b}	30,09±4,66 ^{B,c}
All-Bond Universal	28,03±5,82 ^{Ac}	19,44±4,95 ^{B,d}
Clearfil Universal	30,81±6,7 ^{A,bc}	32,03±3,66 ^{A,bc}
Single Bond Universal	36,41±7,26 ^{Ab}	36,33±5,95 ^{A,a}
Clearfil SE Bond	-	36,08±3,39 ^{Ab}
Optibond FL	45,45±6,47 ^a	-

Farklı büyük harfler satırlardaki, farklı küçük harfler ise sütunlardaki ortalama mikro-gerilim bağlanma dayanımı değerleri arasındaki istatistiksel farkı göstermektedir (p<0,05).

Two-way ANOVA analizinin sonucuna göre dentine μ TBS bağlanma dayanımı kullanılan adeziv sisteme (p= 0.0001) ve uygulama yöntemine (p= 0.0001) göre istatistiksel olarak anlamlı fark gösterdi. Çalışmada en yüksek μ TBS değeri OFL (45,45±6,47MPa) ile, en düşük μ TBS değeri ise ALSe grubunda (19,4±4,95MPa) saptandı.

Adeziv sistemler kendi içlerinde farklı uygulama modları açısından karşılaştırıldığında; Clearfil Universal ve Single Bond Universal adeziv sistemlerin etch&rinse ve self-etch uygulama modları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmazken (p>0,05), G-premio Bond, iBond ve All-Bond Universal adeziv sistemlerin etch&rinse uygulama modu self-etch uygulama modundan istatistiksel olarak anlamlı şekilde daha yüksek bağlanma dayanımına neden oldu (p<0,05).

Adeziv sistemler birbirleriyle aynı uygulama modu açısından karşılaştırıldığında; etch&rinse modunda istatistiksel olarak anlamlı en yüksek μ TBS değerleri kontrol grubu OFL (45,45±6,47MPa) de saptandı. GPEr (36,48±5,56), iBEr (34,03±5,81) ve SUEr (36,41±7,26) arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmadı (p>0,05). ALEr (28,01±5,82) ile tüm etch&rinse uygulama modları arasında istatistiksel olarak en düşük μ TBS değerleri elde edildi (p<0,05). Adezivler birbirleriyle self-etch uygulama modunda karşılaştırıldığında; istatistiksel olarak anlamlı en yüksek μ TBS değerleri kontrol grubu CSE (36,08±3,39) ile SUSE (36,33±5,95) ve GPSe (33,08±5,04) gruplarında gözlenirken bu adezivlerin kendi aralarında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmadı (p>0,05). iBSe (30,09±4,66) ve CUSE (32,03±3,66) ile elde edilen μ TBS değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark saptanmazken (p>0,05), ALSe (19,4±4,95) ile elde edilen μ TBS değerinden istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksek bulundu (p<0,05).

Tüm adezivler μ TBS değerleri açısından değerlendirildiğinde; Clearfil Universal ve Single Bond Universal adeziv sistemleri hariç, etch&rinse uygulama modu ile self-etch uygulama modundan daha yüksek bağlanma dayanımı değerleri elde edildiği saptandı (p=0,479, p=0,972).

TARTIŞMA

Üniversal adezivler etch&rinse ve self-etch uygulama modları ile uygulanabilme çeşitliliği sağlayan tek basamaklı adeziv sistemlerdir.¹² Bu çalışmada farklı pH değerlerine sahip 5 adet üniversal adeziv sisteminin etch&rinse ve self-etch uygulama modlarında orta dentin dokusundaki erken dönem mikro-gerilim bağlanma dayanımları altın standart olarak kabul edilen 3 basamaklı bir etch&rinse ve iki basamaklı bir self-etch adeziv ile karşılaştırılmıştır. Adeziv sistemlerin diş dokularına bağlanma dayanımlarını değerlendirmek için günümüzde makro ve mikro makaslama ve gerilim testleri kullanılmaktadır.¹⁵ Mikro-gerilim bağlanma dayanım testi (μ TBS) ile, adeziv arayüzünde dik olarak oluşturulan streslerin hem daha homojen ve sabit

dağılım gösterdiği hem de restorasyon ve diş arasındaki bağlanmanın değerlendirilmesinde daha güvenilir olduğu belirtilmiştir.¹⁶ Bu nedenle çalışmada dentine bağlanma değerlerinin karşılaştırılmasında μ TBS testi uygulanmıştır.

Üniversal adezivlerin dentine bağlanma kuvvetinin adezivin bağlanma stratejisinden ve pH değerinden etkilendiği bildirilmiştir.¹⁷ Çalışmada kullanılan üniversal adezivler pH değerleri açısından karşılaştırıldıklarında; All-Bond Universal (3,2) ultra zayıf, Single Bond Universal (2,7) ve Clearfil Universal (2,3) zayıf, iBond Universal (1,6-1,8) ve G-Premio Bond (1,4-1,8) ise orta asidik olarak sınıflandırılmaktadır. Çalışmada kullanılan zayıf asidik üniversal adezivler (Single Bond Universal ve Clearfil Universal) etch&rinse ve self-etch modunda uygulandıklarında bağlanma dayanımları arasında fark bulunmamıştır, ancak diğer üç üniversal adeziv etch&rinse modunda daha yüksek bağlanma değerleri gösterdiğinden çalışmamızın birinci sıfır hipotezi Single Bond Universal ve Clearfil Universal için kabul edilirken All-Bond Universal, iBond Universal ve G-Premio Bond için reddedilmiştir. Sonuçlarımıza paralel olarak Cuevas-Suárez ve ark.¹⁷ gerçekleştirdikleri meta analizde, ultra zayıf ve orta asidik üniversal adezivlerin etch&rinse modunda uygulandığında dentine bağlanma kuvvetinin arttığını fakat zayıf asidik üniversal adezivlerin bağlanma kuvvetlerinin uygulama modundan etkilenmediğini bildirmiştir.

Literatürde üniversal adezivlerin farklı modlarda dentine bağlanma dayanımları ile ilgili farklı sonuçlar mevcuttur. Chen ve ark.¹¹ ile Marchesi ve ark.¹⁸ üniversal adezivlerin dentine self-etch ve etch&rinse modunda uygulandıklarında bağlanma kuvvetlerinde fark olmadığını bildirmişler, Jacker-Guhr ve ark.¹⁹ ise aralarında Single Bond Universal, iBond Universal ve All-Bond Universal'in de olduğu üniversal adezivleri karşılaştırdıkları çalışmalarında tüm adezivlerde dentinin asitlenmesinin makaslama kuvvetini artırdığını ifade etmişlerdir. Dentinin asitlenmesinin tıkaç görevi gören smear tabakasını kaldırarak adezivin daha derine penetre olmasını sağladığı bilinmektedir.⁵ Zayıf asiditeye sahip üniversal adezivler self-etch modunda uygulandığında dentin tübüllerine penetrasyonun az ve hibrit tabakasının ince olduğu bildirilmiştir. Daha asidik olan üniversal adezivlerin ise etch&rinse sistemlere benzer şekilde dentinde daha derin penetrasyon sağladığı belirtilmiştir.¹² Bu çalışmada kullanılan en zayıf asiditeye sahip olan All-Bond Universal adezivin self-etch modunda en düşük değerleri vermiş olması, dentine penetrasyonunun diğer adezivlere göre daha az olması ile ilişkilendirilebilmektedir. Çalışmanın sonuçlarına benzer şekilde, önceki çalışmalar da ultra zayıf asidik olan All-Bond Universal'in etch&rinse modunda uygulandığında bağlanma kuvvetinin arttığını bildirmiştir.^{20,21} Zhang ve ark.²² da bu adezivin etch&rinse modunda uygulandığında, 12 aylık yaşlandır-

ma sonucunda bile daha yüksek bağlanma değerleri gösterdiğini bildirmiştir. All-Bond Universal'in üretici firmanın talimatlarındaki gibi ovalanarak aktif uygulanmasının etch&rinse ve self-etch uygulama modunda benzer sonuçlar elde edilmesinde etkili olabileceğini bildiren çalışmalar da mevcuttur.^{12,23} Ancak çalışmamızda üretici firmanın talimatlarına göre ovalanarak ve iki katman halinde uygulanmasına rağmen All-Bond Universal en düşük bağlanma değerleri gösteren adeziv olmuştur.

Etch&rinse adezivlerde dentinin asitlenmesi sonucu smear tabakası ve smear tıkaçlarının uzaklaştırılması, derin demineralizasyon alanlarına rezinin yetersiz infiltre olmasına ve uzun dönemde arayüzde degradasyona sebep olabilmektedir. Başlangıç bağlanma değerlerinde etch&rinse stratejisi ile daha iyi ya da benzer sonuçlar elde edilmiş olsa dahi, hidrolitik degradasyon nedeniyle bağlanmanın uzun dönem dayanımında self-etch stratejisinin daha başarılı olabileceği unutulmamalıdır.¹⁵ Cardoso ve ark.²⁴, farklı üniversal adezivlerin uzun dönem bağlanma dayanımını araştırdıkları çalışmalarında, üniversal adezivlerin self-etch modunda yaşlandırma sonrası etch&rinse moduna göre daha stabil ve altın standart Clearfil SE Bond ile benzer performans gösterdiklerini bildirmiştir.

Çalışmamızda kullanılan üniversal adezivler arasında her iki uygulama modunda da anlamlı farklar bulunmuştur. Kontrol grupları ile karşılaştırıldığında ise test edilen üniversal adezivlerden Single Bond Universal, Clearfil Universal ve G-Premio Bond self-etch modunda uygulandığında Clearfil SE Bond ile benzer μ TBS değerleri göstermiştir, ancak etch&rinse modunda kontrol grubu olan Optibond FL ile tüm üniversal adezivlerden daha yüksek μ TBS değerleri elde edilmiştir. Dolayısıyla, ikinci sıfır hipotezi olan üniversal adezivler ile altın standart olarak kabul edilen etch&rinse ve self-etch adezivlerin dentine mikro-gerilim bağlanma dayanımları arasında fark yoktur ifadesi etch&rinse modunda tüm gruplar için, self-etch modunda ise iBond Universal ve All-Bond Universal için reddedilmiştir. Adezivlerin kimyasal formülleri bağlanma kuvvetlerinde, dayanımlarında ve biyouyumluluklarında büyük rol oynamaktadır.²⁵ Üniversal adezivler self-etch modunda dentin yüzeyinin demineralizasyonunda ve kimyasal bağlanmada rol oynayan asidik monomerler içermektedir.⁶ Bu monomerler arasında en etkili MDP monomeridir. Adezyon-dekalsifikasyon konseptine göre, MDP monomeri hidroksiapatit kristallerindeki kalsiyum ile iyonik bağ kurarak stabil MDP-kalsiyum tuzlarını oluşturmaktadır. Bu tuzlar adezivin uygulanması sırasında hidroksiapatit kristallerinin dış yüzeyinde nanotabaka şeklinde birikmekte ve kimyasal bağlanma oluşmaktadır.²⁶ MDP ile oluşan bu kimyasal bağlanmanın suda stabil olduğu saptanmıştır. Bu durumun hibrit tabakasını hidrolitik degradasyona karşı koruyarak rezin-dentin arayüzünün uzun dönem bağlanma dayanımına önemli katkı sağladığı ifade edil-

mektedir.⁶ Her ne kadar üniversal adezivler çok yönlü kullanım için üretilmiş olsa da, etch&rinse modunda kullanılmaları kimyasal olarak bağlanma potansiyellerini ortadan kaldırmaktadır. Dentinin asitlenmesi apatit kristallerinin çözünmesine sebep olarak fonksiyonel monomerlerin apatitlere bağlanarak kimyasal bağlanma sağlamalarını engellemektedir.¹¹

Çalışmamızda kullanılan tüm üniversal adezivlerin içeriğinde MDP monomeri olmasına rağmen self-etch modunda farklı bağlanma değerleri elde edilmiştir. Takamizawa ve ark.,²⁷ self-etch modunda karşılaştırdıkları üniversal adezivlerin SEM incelemesinde asitleme kapasiteleri arasında fark görülmemesine rağmen bağlanma değerlerindeki farkın adezivlerin içeriklerindeki farklı komponentlerden kaynaklı olabileceğini bildirmiştir. Benzer içeriklere sahip olsalar dahi farklı monomerlerin varlığı, monomer miktarı, komponentlerin oranlarındaki farklılıklar adeziv vizkozitesini, ıslatabilirliğini ve dolayısıyla penetrasyon derinliğini etkileyebilmektedir.²⁷

Farklı bağlanma değerleri gösteren üniversal adezivler MDP monomerine ek olarak farklı monomerler de içermektedir. Single Bond Universal MDP'ye ek olarak poli-alkenoik asit kopolimeri içermektedir. Bu fonksiyonel monomerin hidroksiapatit kristallerinin kalsiyum bağlayıcı bölgeleri için MDP ile yarışabileceği ve nanotabakaların azalmasına bağlı olarak bağlanmanın zayıflayabileceği bildirilmiştir.^{26,28} Aksine Perdiago ve ark.²⁹ ise çalışmalarında Single Bond Universal'in bağlanma kuvvetinin Clearfil SE Bond'dan daha yüksek olduğunu ve MDP ile polialkenoik asit kopolimerinin bir arada bulunmasının bağlanma dayanımını olumlu etkileyebileceğini bildirmiştir. Munoz ve ark.³⁰ da kontrol grubu olan Clearfil SE Bond'un MDP içeren Single Bond Universal ve All-Bond Universal'e göre daha yüksek bağlanma değerleri vermiş olmasının Clearfil SE Bond'un MDP konsantrasyonunun hem primer hem de bonding komponentinde bulunmasından kaynaklanabileceğini bildirilmiştir. Bu çalışmada Single Bond Universal self-etch modunda uygulandığında Clearfil SE Bond ile aralarında anlamlı fark olmaksızın en yüksek μ TBS değerlerini vermiştir. Dolayısıyla erken dönem bağlanma açısından Single Bond Universal'in içeriğinde bu iki monomerin birlikte bulunmasının yüksek bağlanma kuvveti ile ilişkilendirilebileceğini düşünmekteyiz.

G-Premio Bond'un içeriğinde de MDP fonksiyonel monomerine ek olarak farklı monomerler (4-MET, MDTP) bulunmaktadır. Yapılan bir çalışmada içeriğindeki 4-MET monomeri ile MDP monomerinin dentine bağlanma mekanizmalarının benzer olduğu bildirilmiştir.³¹ Bir başka çalışmada ise 4-MET'in kimyasal bağlanma potansiyelinin MDP monomerinden düşük olduğu gösterilmiştir.³² Çalışmamızda G-Premio Bond adezivi her iki uygulama modunda da diğer üniversal adezivlerle benzer sonuçlar göstermiş, erken dönem bağlanma değerleri açısından

yapısındaki diğer fonksiyonel monomerlerin bir avantaj sağlamadığı saptanmıştır.

Çalışmamızın sonuçları değerlendirildiğinde, üniversal adezivlerin dentine bağlanma performanslarının kullanılan materyale ve seçilen uygulama moduna bağlı olduğu görülmektedir. Altın standart olarak kabul edilen üç basamaklı etch&rinse adeziv sistemi ile en yüksek bağlanma değerleri elde edilmiştir, ancak farklı üniversal adezivlerin her iki uygulama modu da altın standart olarak kabul edilen iki basamaklı self-etch adeziv sistemi ile benzer bağlanma dayanımı göstermiştir. Çalışmamızın limitasyonu dentine bağlanma dayanımının erken dönem sonuçlarını içermesidir, bu nedenle sonuçlarımızın desteklenmesi için farklı içeriğe sahip üniversal adezivlerin dentine bağlanma dayanımlarının uzun dönem in-vivo ve in-vitro ve çalışmalar ile değerlendirilmesi gerekmektedir.

KAYNAKLAR

1. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. J Dent Res 1955; 34: 849-853.
2. Buonocore MG, Matsui A, Gwinnett AJ. Penetration of resin dental materials into enamel surfaces with reference to bonding. Archives of Oral Biology 1968; 13: 61-IN20.
3. Alex G. Universal adhesives: the next evolution in adhesive dentistry? Compend Contin Educ Dent 2015; 36: 15-26.
4. Susin A H VWA, Saad J R C, Oliveira Junior O B. Tensile bond strength of self-etching versus total-etching adhesive systems under different dentinal substrate conditions. Braz Oral Res 2007; 21: 81-86.
5. Pashley DH, Tay FR, Breschi L, et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. Dent Mater 2011; 27: 1-16.
6. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, et al. State of the art of self-etch adhesives. Dent Mater 2011; 27: 17-28.
7. Erickson RL, Barkmeier WW, Kimmes NS. Bond strength of self-etch adhesives to pre-etched enamel. Dent Mater 2009; 25: 1187-1194.
8. Bahari M, Savadi Oskoe S, Kimyai S, et al. Effect of Casein Phosphopeptide-amorphous Calcium Phosphate Treatment on Microtensile Bond Strength to Carious Affected Dentin Using Two Adhesive Strategies. Journal of dental research, dental clinics, dental prospects 2014; 8: 141-147.
9. Leinfelder KF, Kurdziolek SM. Self-etching bonding agents. Compendium of continuing education in dentistry (Jamesburg, NJ : 1995) 2003; 24: 447-454, 456.
10. Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. Dent Mater 2001; 17: 296-308.
11. Chen C, Niu LN, Xie H, et al. Bonding of universal adhesives to dentine--Old wine in new bottles? J Dent 2015; 43: 525-536.
12. Wagner A, Wendler M, Petschelt A, et al. Bonding per-

formance of universal adhesives in different etching modes. *J Dent* 2014; 42: 800-807.

13. Michaud PL, Brown M. Effect of universal adhesive etching modes on bond strength to dual-polymerizing composite resins. *J Prosthet Dent* 2017; 119: 657-662.

14. Cranford SW, Brommer DB, Buehler MJ. Extended graphynes: simple scaling laws for stiffness, strength and fracture. *Nanoscale* 2012; 4: 7797-7809.

15. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res* 2005; 84: 118-132.

16. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, et al. Adhesion testing of dentin bonding agents: A review. *Dent Mater* 1995; 11: 117-125.

17. Cuevas-Suárez CE, da Rosa WLO, Lund RG, da Silva AF, Piva E. Bonding performance of universal adhesives: An updated systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent* 2019; 21: 7-26.

18. Marchesi G, Frassetto A, Mazzoni A, Apolonio F, Di-olosà M, et al. Adhesive performance of a multi-mode adhesive system: 1-year in vitro study. *J Dent* 2014; 42: 603-612.

19. Jacker-Guhr S, Sander J, Luehrs AK. How "universal" is adhesion? Shear bond strength of multi-mode adhesives to enamel and dentin. *J Adhes Dent* 2019; 21: 87-95.

20. Munoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, et al. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *J Dent* 2013; 41: 404-411.

21. Lee IS, Son SA, Hur B, Kwon YH, Park JK. The effect of additional etching and curing mechanism of composite resin on the dentin bond strength. *J Adv Prosthodont* 2013; 5: 479-484.

22. Zhang ZY, Tian FC, Niu LN, et al. Defying ageing: An expectation for dentine bonding with universal adhesives? *J Dent* 2016; 45: 43-52.

23. Saito T, Takamizawa T, Ishii R, Tsujimoto A, Hirokane E, et al. Influence of application time on dentin bond performance in different etching modes of universal adhesives. *Oper Dent* 2020; 45: 183-195.

24. Cardoso GC, Nakanishi L, Isolan CP, Jardim PDS, Moraes RR. Bond Stability of Universal Adhesives Applied to Dentin Using Etch-And-Rinse or Self-Etch Strategies. *Braz Dent J* 2019; 30: 467-475.

25. Manuja N, Nagpal R, Pandit IK. Dental adhesion: mechanism, techniques and durability. *J Clin Pediatr Dent* 2012; 36: 223-234.

26. Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, Hayakawa S, Torii Y, et al. Self-assembled nano-layering at the adhesive interface. *J Dent Res* 2012; 91: 376-381.

27. Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsujimoto A, Berry TP, Watanabe H, et al. Influence of different etching modes on bond strength and fatigue strength to dentin using universal adhesive systems. *Dent Mater* 2016; 32: e9-e21.

28. Yoshida Y, Yoshihara K, Hayakawa S, Nagaoka N, Okihara T, et al. HEMA inhibits interfacial nano-layering of the functional monomer MDP. *J Dent Res* 2012; 91: 1060-1065.

29. Perdigão J, Sezinando A, Monteiro PC. Laboratory bonding ability of a multi-purpose dentin adhesive. *Am J Dent* 2012; 25: 153-158.

30. Munoz M, Luque-Martinez I, Malaquias P, Hass V, Reis A, et al. In vitro longevity of bonding properties of universal adhesives to dentin. *Oper Dent* 2015; 40: 282-292.

31. Nagakane K, Yoshida Y, Hirata I, Fukuda R, Nakayama Y, et al. Analysis of chemical interaction of 4-MET with hydroxyapatite using XPS. *Dent Mater J* 2006; 25: 645-649.

32. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, et al. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 2004; 83: 454-458.