

Karbodimidin Universal Adezivlerin Dentine Bağlanma Kuvveti Üzerine Etkisi: İn-Vitro Bir Çalışma

Effect of Carbodiimide on the Dentin Bond Strength of Universal Adhesives: An In-Vitro Study

 Ayşe Nur DOĞAN^a,  Soley ARSLAN^b

^aNimet Bayraktar Ağız ve Diş Sağlığı Hastanesi, Restoratif Diş Tedavisi Kliniği, Kayseri, Türkiye

^bErciyes Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi, Restoratif Diş Tedavisi ABD, Kayseri, Türkiye

Bu çalışma, Ayşe Nur Doğan'ın "Carbodiimide'in universal adeziv sistemlerin dentin bağlanma dayanımı üzerine etkisinin mikrogerilim test yöntemiyle incelenmesi" başlıklı uzmanlık tezinden üretilmiştir (Kayseri: Erciyes Üniversitesi; 2014).

Bu çalışma, ERDİŞ 1. Uluslararası Erciyes Üniversitesi Diş Hekimliği Kongresi'nde (26-29 Şubat 2020, Kayseri) sözlü olarak sunulmuştur.

ÖZET Amaç: Bu in vitro çalışmanın amacı, matriksmetalloproteinaz inhibitörü olan karbodimidin (1-etil-3-[3-dimetilaminopropil] carbodiimide) adeziv uygulaması öncesi dentin yüzey tedavisinde kullanıldığı universal adeziv sistemlerin dentine bağlanma dayanımı üzerine etkisinin mikrogerilim test yöntemiyle değerlendirilmesidir.

Gereç ve Yöntemler: Bu çalışmada, 80 tane insan 3. molar dişten standart dentin yüzeyleri elde edilmiş ve rastgele 8 gruba ayrılmıştır. Grupların yarısına 1M karbodimid ile adeziv uygulaması öncesi yüzey tedavisi yapılırken, diğer yarısına uygulanmamıştır. Daha sonra bütün gruplara Single Bond Universal ve Clearfil Universal Bond hem etch-and-rinse hem self-etch modunda kullanılarak uygulanmıştır. Örneklerin hepsi 4 mm kalınlığında 3M Filtek Bulk-Fill kompozit rezinle restore edilerek polimerize edilmiştir. Örnekler 24 saat distile suda bekletildikten sonra her grubun yarısı 6 ay yapay tükürükte saklanmıştır. Her örnekten 1 mm²lik yirmişer kesit alındıktan sonra mikrogerilim bağlanma dayanımı testi yapılmıştır. Mikrogerilim bağlanma dayanımı verilerini analiz etmek için hem 3 yönlü hem de tek yönlü varyans analizi ve "post hoc" Tukey testi kullanılmıştır. **Bulgular:** Araştırma sonuçlarına göre test edilen erken dönem grupların mikrogerilim bağlanma dayanımı değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılıklar bulunmazken ($p>0,05$), geç dönem grupların mikrogerilim bağlanma dayanımı değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılıklar bulunduğu görülmüştür ($p<0,05$). Tüm grupların erken ve geç dönem bağlanma dayanımı değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılıklar bulunmamıştır ($p>0,05$). Single Bond Universal'ın kullanıldığı grupların hepsi, Clearfil Universal Bond'un kullanıldığı gruplardan istatistiksel olarak anlamlı şekilde daha yüksek bağlanma dayanımı göstermişlerdir ($p<0,05$). **Sonuç:** Karbodimid kullanılan grupların erken ve geç dönem bağlanma değerleri arasında fark bulunmamıştır.

ABSTRACT Objective: The aim of this in-vitro study is to evaluate the effect of universal adhesive systems on dentin bond strength by microtensile test method when carbodiimide (1-ethyl-3-[3-dimethylaminopropyl] carbodiimide), which is a matrix metalloproteinase inhibitor, is used in dentin surface treatment before adhesive application.

Material and Methods: In this study, standard dentin surfaces were obtained from 80 human 3. molar teeth and randomly divided into 8 groups. Half of the groups were treated with 1M carbodiimide before the adhesive application, while the other half did not. Then, Single Bond Universal and Clearfil Universal Bond were applied to all groups using either etch-and-rinse or self-etch modes. All samples were restored and polymerized with 4 mm thick 3M Filtek Bulk-Fill composite resin. After the samples were kept in distilled water for 24 hours, half of each group was stored in artificial saliva for 6 months. After taking 20 sections of 1 mm² from each sample, microtensile bond strength test was performed. Three-way and one-way analysis of variance and post hoc Tukey test were used to analyze microtensile bond strength data. **Results:** According to the results of the study, while there was no statistically significant difference between the microtensile bond strength values of the tested early period groups ($p>0,05$), there were statistically significant differences between the microtensile bond strength values of the late period groups ($p<0,05$). There was no statistically significant difference between the early and late bond strength values of all groups ($p>0,05$). All of the groups in which Single Bond Universal was used showed significantly higher bond strength than the groups in which Clearfil Universal Bond was used ($p<0,05$). **Conclusion:** While there was no difference between the early and late bonding values of the groups in which carbodiimide was used, an increase was observed in the bonding values of the groups in which Single Bond Universal was applied.

Anahtar Kelimeler: Dentine bağlanma dayanımı; biyoyıkım; karbodimid; matriksmetalloproteinaz; universal adezivler

Keywords: Dentin bond strength; biodegradation; carbodiimide; matrix metalloproteinase; universal adhesives

Correspondence: Ayşe Nur DOĞAN

Nimet Bayraktar Ağız ve Diş Sağlığı Hastanesi, Restoratif Diş Tedavisi Kliniği, Kayseri, Türkiye

E-mail: dtaysenurdmrpl@gmail.com



Peer review under responsibility of Türkiye Klinikleri Journal of Dental Sciences.

Received: 18 May 2022

Received in revised form: 30 Oct 2022

Accepted: 23 Nov 2022

Available online: 29 Nov 2022

2146-8966 / Copyright © 2023 by Türkiye Klinikleri. This is an open access article under the CC BY-NC-ND license (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

Dental adezivler, diş hekimliğinde devrim niteliğindedir ve diş hekimlerinin dental pratikte birçok şeyi yapabilmesine olanak sağlar. Yakın bir zamana kadar rezin adezivler, “etch-and-rinse (E&R)” veya “self-etch (SE)” stratejilerinden sadece birisi ile uygulanmak üzere üretilmekteydiler. Son yıllarda hem E&R hem de SE modlarında klinik kullanım kolaylığı sağlayan universal adezivler üretilmiştir.

Kullanılan adeziv stratejisi ne olursa olsun, rezin dentin arasındaki bağ, rezin monomerlerin kısmen demineralize dentine infiltrasyonu ile oluşan “hibrit tabakanın” oluşumuna dayanır.¹ Bununla birlikte dental materyallerdeki ilerlemelere bakılmaksızın, değişken ve dinamik organik dentin fazında yaratılan hibrit tabaka mükemmel değildir ve zamanla bozulabilir.^{2,3} SE adezivlerdeki su konsantrasyonu, hibrit tabaka içindeki rezin monomerlerin yetersiz infiltrasyonu, aktive edilmiş endojen kollejenolitik enzimler tarafından ekspoz olmuş kollajenin preteolitik bozulması, hibrit tabaka ve suboptimal polimerizasyon içindeki faz ayrımı ve bondlanmış ara yüzeyin yüksek geçirgenliği gibi rezin-dentin arayüzünün degradasyonuna sebep olan çeşitli faktörler tanımlanmıştır.⁴ Hibrit tabaka oluşumu sırasında, demineralize kollajen tabakasının derinliği ve rezin infiltrasyonu arasındaki tutarsızlık, hibrit tabakanın altındaki kollajen fibrillerin açığa çıkmasına ve erozyonuna yol açabilir. Bu açık kollajen fibrilleri arasındaki boşluklarda bulunan su, aktive olmuş endojen ve ekzojen kollejenolitik ve jelatinolitik enzimler [matriksmetalloproteinaz (MMP) ve sistein katepsinleri] tarafından kollajenin hidrolizine sebep olabilir.⁵ Bu nedenle MMP inhibitörleri ve kollajen çapraz bağlayıcılar ile dentin substratı biyolojik olarak modifiye edilebilirse, daha stabil ve dayanıklı bir adeziv arayüzü elde edilebilir.

Enzim inhibitörleri ile tedavi, kollajen fibrillerinin degradasyonunu önlese de kollajen fibrillerin yapısal dayanıklılığını artırmaz.⁶ Bu nedenle kollajen fibrillerin MMP’lerden korunmasını sağlamanın yanı sıra rezin-dentin arayüzünün mekanik stabilitesini ve dayanıklılığını geliştirmek için takviye ajanlara ihtiyaç vardır. Bu nedenle proteaz inhibe edici özelliği olan kollajen çapraz bağlayıcılar, açıkta kalan kollajen fibrillerini korumak için ümit verici ajanlardır.⁷

Glutaraldehit ve üzüm çekirdeği ekstraktları başlangıçta çapraz bağlayıcı olarak kullanılmıştır, ancak glutaraldehitin çok toksik olduğu gerçeğinin yanı sıra etkili olmaları için gereken uygulama süresi de klinik olarak kabul edilebilir değildir (minimum 10 dk).⁸ Bu problemin üstesinden gelmek için %0,1 riboflavinin asitlenmiş dentine rezin bonding öncesi 2 dk UVA ışığı ile uygulanması test edilmiş, dentin MMP’lerini inhibe ettiği ve hibrit tabaka dayanıklılığını artırdığı sonucuna varılmıştır ancak optimum konsantrasyonu bulmak ve çapraz bağlama için gereken süreyi (5 dk) kısaltmak için daha fazla çalışmaya ihtiyaç duyulmaktadır.⁹

Karbodimid (1-etil-3-[3-dimetilaminopropil] karbodiimide) (EDC), doğrudan demineralize dentine uygulandığında, moleküller içi ve moleküller arası çapraz bağların oluşumu yoluyla enzimatik ve hidrolik degradasyonu önleyerek zaman içinde rezin/dentin arayüzünün yapısal mukavemetini ve bağlanma direncini geliştirdiği, sentetik bir çapraz bağlama maddesidir.¹⁰

EDC’nin dental adezyon üzerindeki etkisine ilişkin araştırmaların çoğu, E&R adezivler kullanılarak yapılmıştır. Bununla birlikte EDC’nin son yıllarda piyasaya çıkan universal adezivlerin bağlanma dayanımı üzerindeki etkisi değerlendirilmemiştir. Bu araştırma, adeziv uygulaması öncesi dentine 1 dk süreyle EDC ile yüzey tedavisi uygulandığında universal adeziv sistemlerin dentine bağlanma dayanımı üzerindeki etkisini mikrogerilim bağlanma dayanımı [microtensile bond strength (μ TBS)] testi yöntemiyle ölçmeyi amaçlamıştır. Çalışmamızın sıfır hipotezleri şunlardır: 1) EDC solüsyonuyla yüzey tedavisinin 2 farklı universal adezivin erken ve geç dönem dentine bağlanma dayanımları üzerinde etkisi yoktur. 2) Test edilen 2 universal adeziv arasında dentine bağlanma dayanımı bakımından fark yoktur. 3) Universal adezivlerin E&R ve SE modunda uygulanmasının dentine bağlanma dayanımı üzerinde etkisi yoktur.

GEREÇ VE YÖNTEMLER

Bu çalışma, Erciyes Üniversitesi Klinik Araştırmalar Etik Kurulu tarafından (tarih: 24 Kasım 2017, no: 2017/534) onaylanmıştır. Çalışma, Helsinki Deklarasyonu prensiplerine uygun olarak yapılmıştır. Kul-

lanılan materyaller ve içerikleri Tablo 1’de verilmiştir.

Çalışmada 80 adet çürüksüz insan 3. molar dişi kullanıldı. Düzgün okluzal dentin yüzeyi oluşturmak için su soğutması altında dişlerin okluzal mine dokuları uzaklaştırıldı. Açığa çıkan dentin dokusu üzerinde standardize bir smear tabakası oluşturmak için su altında #180, 320, 600 gritlik silkon karbit zımpara (İnterflex, Manisa, Türkiye) kullanıldı. Hazırlanan dişler okluzal yüzeyleri tabana paralel olacak şekilde mine-sement sınırının yaklaşık 1 mm altından dairesel hazırlanmış kalıplar içerisinde kendiliğinden sertleşen akrilik rezin (İntegra, Ankara, Türkiye) içine gömüldü.

1M EDC (Sigma-Aldrich, Darmstadt, Almanya) çözeltisi, 958 mg EDC’nin %70’lik aseton içerisinde (pH 6,0) çözülmesiyle hazırlandı.¹¹⁻¹³

Örnekler daha sonra rastgele her grupta 10 örnek olacak şekilde 8 gruba rastgele ayrıldı ve aşağıdaki tedavi protokolleri uygulandı.

Grup 1 (G1): Single Bond Universal (SBU) (3M ESPE, St. Paul, MN, Amerika Birleşik Devletleri) üretici talimatları doğrultusunda E&R modunda uygulandı ve LED ışık cihazı (VALO Cordless; Ultra-dent Products, Amerika Birleşik Devletleri) ile 10 sn polimerize edildi (Tablo 1).

Grup 2 (G2): SBU üretici talimatları doğrultusunda dentin yüzeyine SE modunda uygulandı ve LED ışık cihazı ile 10 sn polimerize edildi (Tablo 1).

Grup 3 (G3): %37’lik ortofosforik asit (3M ESPE, St. Paul, MN, Amerika Birleşik Devletleri) 15 sn dentin yüzeyine uygulanıp, 15 sn yıkandı ve hava spreyiyle kurutuldu. 1 M EDC aplikatör yardımıyla 1 dk dentin yüzeyine uygulandı ve ardından 5 sn havayla kurutuldu. Daha sonra SBU üretici talimatları doğrultusunda uygulandı ve LED ışık cihazı ile 10 sn polimerize edildi (Tablo 1).

Grup 4 (G4): 1 M EDC aplikatör yardımıyla 1 dk dentin yüzeyine uygulandı ve ardından 5 sn havayla kurutuldu. Daha sonra SBU üretici talimatları doğrultusunda uygulandı ve LED ışık cihazı ile 10 saniye polimerize edildi (Tablo 1).

Grup 5 (G5): Clearfil Universal Bond (CUB) (Kuraray, Noritake, Japonya) üretici talimatları doğ-

TABLO 1: Kullanılan materyaller ve içerikleri.

Materyal	Üretici firma	Üretici talimatları	İçerik	LOT NO
EDC	Sigma-Aldrich, Darmstadt, Germany		1-eti-3-(3-dimetilaminoopropil) karbodiimid hidroklorür	BCBW2261
Fillek Bulk Fill Posterior Kompozit	3M ESPE, St. Paul, MN, ABD		AUDMA, UDMA ve 1,12-dodekan-DMA, 20 nm silika partikülleri, 4-11 nm zirkonyum partikülleri	N853695
Single Bond Universal	3M ESPE, St. Paul, MN, ABD	E&R modu için asit etich 15 sn dentin yüzeyine uygulanır, 15 sn yıkanır ve hava spreyiyle kurutulur. Adeziv uygulaması SE modundaki gibidir. SE modu için adeziv, bir mikro uçlu aplikatör yardımıyla aktif bir şekilde 20 sn boyunca kaviteye uygulanır, 5 sn hafif havayla inceltildikten sonra bir LED ışık cihazı kullanılarak 10 sn ışıkla polimerize edilir	MDP fosfat monomer, dimetakrilat rezinler; HEMA, Vitrebon TM (3M ESPE, ABD) kopolimer, doldurucular, etanol, su, başlatıcılar, silan pH: 2,7	3424447
Clearfil Universal Bond	Kuraray, Noritake, Japan	E&R modu için asit etich 15 sn dentin yüzeyine uygulanır, 15 sn yıkanır ve hava spreyiyle kurutulur. Adeziv uygulaması SE modundaki gibidir. SE modu için adeziv, bir mikro uçlu aplikatör yardımıyla aktif bir şekilde 20 sn boyunca kaviteye uygulanır, 5 sn hafif havayla inceltildikten sonra bir LED ışık cihazı kullanılarak 10 sn ışıkla polimerize edilir	10 MDP; Bis-GMA, kamforinon, dimetakrilat rezinler; HEMA, etanol, su, silan, doldurucular, başlatıcılar pH: 2,3	9P0031

E&R: Etch-and-rinse; SE: Self-etch; AUDMA: Aromatik üretilen dimetakrilat; UDMA: Üretilen dimetakrilat; MDP: Metakriksidisi dihidrojen fosfat; HEMA: Hidroksietil metakrilat; Bis-GMA: Bisfenol A-glisidi metakrilat.

rultusunda E&R modunda uygulandı ve LED ışık cihazı ile 10 sn polimerize edildi (Tablo 1).

Grup 6 (G6): CUB üretici talimatları doğrultusunda dentin yüzeyine asit etch uygulanmadan SE modunda uygulandı ve LED ışık cihazı ile 10 sn polimerize edildi (Tablo 1).

Grup 7 (G7): %37'lik ortofosforik asit (Kuraray, Noritake, Japonya) 15 sn dentin yüzeyine uygulanıp, 15 sn yıkandı ve hava spreyiyle kurutuldu. 1 M EDC asetonlu solüsyonu aplikatör yardımıyla 1 dk dentin yüzeyine uygulandı ve ardından 5 sn havayla kurutuldu. Daha sonra CUB üretici talimatları doğrultusunda uygulandı ve LED ışık cihazı ile 10 sn polimerize edildi (Tablo 1).

Grup 8 (G8): 1 M EDC aplikatör yardımıyla 1 dk dentin yüzeyine uygulandı ve ardından 5 sn havayla kurutuldu. Daha sonra CUB üretici talimatları doğrultusunda uygulandı ve LED ışık cihazı ile 10 saniye polimerize edildi (Tablo 1).

Bu aşamalardan sonra 4 mm kalınlığında Filtek Bulk-Fill Posterior kompozit (3M ESPE, St. Paul, MN, Amerika Birleşik Devletleri) yerleştirildi ve 20 sn boyunca polimerize edildi. Tüm polimerizasyon işlemleri aynı ışık cihazı ile yapılmış olup, cihazın ışık çıkış gücü 1000 mW/cm² olup radyometre ile kontrol edilmiştir.

Bütün örnekler polimerizasyonun tamamlanması için 24 saat 37 °C'de distile su içinde saklandı. Tüm gruplardaki örneklerin yarısı 24 saat 37 °C'de yapay tükürükte saklandıktan sonra değerlendirilmiştir (T0 grupları). Her gruptan geriye kalan örnekler µTBS testi öncesi 6 ay boyunca 37 °C'de bir inkübatörde yapay tükürükte saklandı (T6 grupları). Yapay tükürük formülasyonu (pH 7) 1,5 mM CaCl₂, 8,2 mM NaHCO₃, 4,8 mM NaCl, 137 mM KCl, 4 mM KH₂P0₄ kullanılarak hazırlandı.¹⁴ Yapay tükürük 2 haftada 1 değiştirildi.

Hazırlanan her örnekten Minitom (Struers, Detroit Road Westlake, OH, Amerika Birleşik Devletleri) kesme cihazıyla 0,3 mm çapındaki diskle yaklaşık 1 mm×1 mm×8 mm boyutlarında 1 mm²lik kompozit ve dentinden oluşan 20 kesit alındı. Kesitler mikrogirilim test cihazı (MTD- 33 500, SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen, Almanya) üzerine yerleştirildikten sonra ve 1 mm/dk hızda gerilim kuv-

vetlerine maruz bırakıldı.¹⁵ Restorasyonların kopma değerleri test cihazının kendi yazılım programı (MTD-500 ver. 2.0, SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen, Almanya) ile kopma anındaki kuvvet, Newton (N) olarak kaydedildi ve Mpa'ya çevrildi.

Kopma tipleri SEM (GeminiSEM 500, Zeiss, Almanya) ile x70 ve x1000 büyütmede incelenmiş ve adeziv (kompozit ve dentinin birleşiminden kopma), koheziv (kompozitin veya dentinin kendi içinden kopma) ve miks (hem adeziv hem koheziv kopmanın birlikte meydana geldiği kopma) olarak tanımlanmıştır.

İstatistiksel analizlerin gerçekleştirilmesinde, istatistiksel yazılım programından yararlanıldı (SPSS v16.0; SPSS Inc., Chicago, IL., Amerika Birleşik Devletleri). Veriler Kolmogorov-Smirnov testi, üç yönlü ve tek yönlü varyans analizi ve "post hoc" Tukey testi kullanılarak analiz edildi. Kopma tiplerini karşılaştırmak için ki-kare testi kullanıldı. p<0,05 istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir.

BULGULAR

T0 ve T6'da µTBS'nin (Mpa) istatistiksel farklılıkları, ortalamaları ve standart sapmaları Tablo 2'de gösterilmektedir.

Bu çalışmada test edilen grupların T0 µTBS değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmazken, T6 test gruplarının µTBS değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık görülmüştür (p<0,05) (Tablo 2). T0'da SBU uygulanan grupların µTBS değerleri sayısal olarak CBU uygulananlardan daha yüksek olsa da istatistiksel olarak anlamlı farklılık görülmedi (p>0,05). T6'da Grup 1 ve Grup 3 ile Grup 5 arasında istatistiksel olarak fark varken (p<0,05) diğer gruplar arasında fark görülmemiştir (p>0,05) (Tablo 2).

EDC uygulaması grupların bağlanma dayanımı değerlerini sayısal olarak artırsada, bu artış EDC uygulanmayan gruplarla istatistiksel olarak fark oluşturmamıştır (p>0,05).

T6 µTBS değerleri T0'a göre tüm gruplarda sayısal olarak düşmesine rağmen test edilen grupların T0 ve T6 µTBS değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark yoktur (p>0,05).

TABLO 2: Grupların ortalama bağlanma dayanım değerleri (Mpa), standart sapmaları, istatistiksel farklılıkları.

Gruplar	Erken dönem (T0)	Yaşlandırma sonrası (T6)	p değeri
Grup 1 SBU, E&R	18,24 (±4,95) ^a	17,34 (±4,59) ^y	1,00
Grup 2 SBU, SE	17,48 (±5,70) ^a	15,06 (±3,92) ^{xy}	0,89
Grup 3 SBU, E&R, EDC	17,82 (±4,66) ^a	17,40 (±4,50) ^y	1,00
Grup 4 SBU, SE, EDC	18,17 (±4,01) ^a	17,12 (±4,09) ^{xy}	1,00
Grup 5 CUB, E&R	14,24 (±1,97) ^a	13,48 (±2,09) ^x	1,00
Grup 6 CUB, SE	15,10 (±3,31) ^a	14,29 (±4,14) ^{xy}	1,00
Grup 7 CUB, E&R, EDC	15,67 (±5,50) ^a	14,91 (±3,26) ^{xy}	1,00
Grup 8 CUB, SE, EDC	15,27 (±3,93) ^a	15,09 (±3,22) ^{xy}	1,00
p değeri	0,086	0,004	

*Üslü simge "a" erken dönem gruplar arasındaki istatistiksel farkları, "x,y" geç dönem gruplar arasındaki farkları göstermektedir. Aynı harfler arasında istatistiksel olarak fark yoktur. p<0,05 istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir; SBU: Single Bond Universal; E&R: Etch-and-rinse; SE: Self-etch; EDC: 1-etil-3-(3-dimetilaminopropil) karbomidid; CUB: Clearfil Universal Bond.

TABLO 3: Adezivlerin ortalama bağlanma dayanım değerleri (Mpa), standart sapmaları, istatistiksel farklılıkları.

	Ortalama bağ mukavemeti değerleri (Mpa)±	
	n	standart sapmalar
CUB E&R	80	14,57 (±3,53) ^a
CUB SE	80	14,93 (±3,62) ^a
SBU E&R	80	17,70 (±4,60) ^b
SBU SE	80	16,96 (±4,56) ^b
p değeri		0,00

*Üslü simge küçük harfler sütunlar arasındaki istatistiksel farkları göstermektedir; CUB: Clearfil Universal Bond; E&R: Etch-and-rinse; SE: Self-etch; SBU: Single Bond Universal.

SBU uygulanan gruplar, CUB uygulanan gruplardan istatistiksel olarak daha yüksek μ TBS değerleri göstermiştir (p<0,05). Universal adezivlerin E&R ve SE modlarında uygulandığı grupların μ TBS değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmamıştır (p>0,05) (Tablo 3).

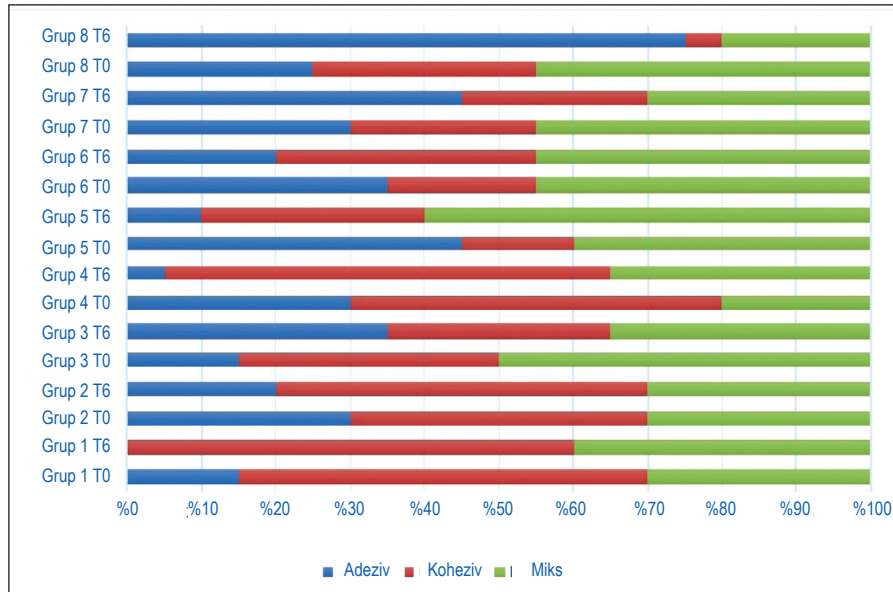
Grupların kopma tipleri dağılımı arasında istatistiksel olarak önemli farklılıklar vardı (p<0,05). Miks tipi kırıklar en yaygın başarısızlık tipi idi (Şekil 1 ve Resim 1).

TARTIŞMA

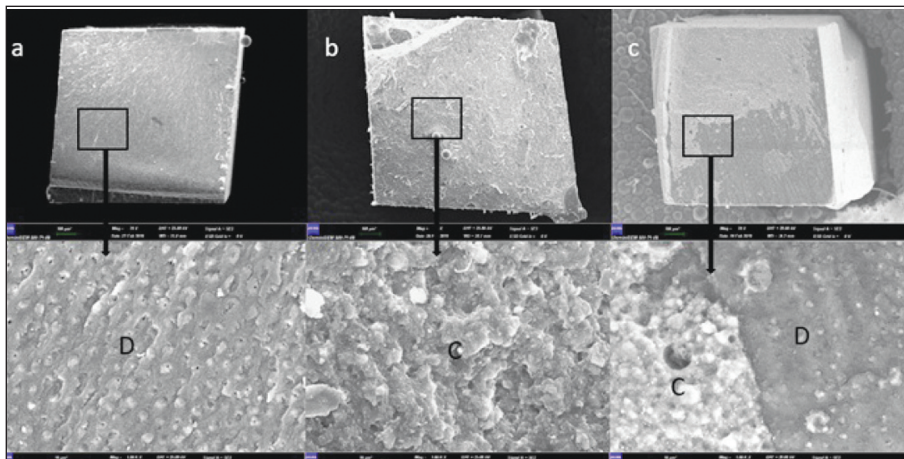
Bu çalışmada, EDC ile yüzey tedavisi 2 farklı universal adezivin erken ve geç dönem dentine bağlanma dayanımlarını sayısal olarak artırırsa da bu artış istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır. Universal

adezivlerin E&R ve SE modunda uygulanmaları arasında da dentine bağlanma dayanımı bakımından fark görülmemiştir. SBU uygulanan grupların dentine bağlanma dayanımları CUB uygulanan gruplardan daha yüksek bulunmuştur. Bu nedenlerle EDC solüsyonuyla yüzey tedavisinin, 2 farklı universal adezivin erken ve geç dönem bağlanma dayanımına etkisi yoktur şeklindeki hipotezimiz ile universal adezivlerin E&R ile SE modunda uygulanmasının, dentine bağlanma dayanımları üzerinde etkisi olmayacağı yönündeki sıfır hipotezlerimiz kabul edilmiş, test edilen universal adezivler arasında dentine bağlanma dayanımı bakımından fark olmayacağı yönündeki hipotezimiz reddedilmiştir.

Adeziv arayüzünü uzun süre stabilize etmek, dentin matrisindeki endojen proteazların varlığına ve aktivitesine kalıcı bir çözüm bulmak için aktive edilmiş matris-bağlı MMP'lerin katalitik yanlarını inaktive ederek çapraz bağlanması seçeneği çok umut verici görünmektedir.^{9,10,16} Çok düşük sitotoksititeye sahip bir çapraz bağlama ajanı olan EDC'nin, dentin matrisinin mekanik özelliklerini artırmaya yönelik potansiyel yeteneklerini gösteren araştırmalar yapılmıştır ve asitlenmiş dentin üzerine 1 dk süreyle uygulandığında endojen proteaz aktivitesini tamamen inhibe ettiğini ortaya koymuştur.^{10,16} Başka bir çalışmada da çapraz bağlayıcı EDC kullanımının dentin kollajenini kuvvetlendirdiği ve güçlendirdiği, molekül içi ve moleküller arası çapraz bağların oluşması yoluyla, zaman içinde rezin/dentin arayüzünün enzimatik ve hidrolitik bozunmaya karşı, yapısal bütün-



ŞEKİL 1: Kopma tipleri dağılımı.



RESİM 1: Debonding yüzeylerinin SEM görüntüleri. a) Adeziv tip kopma: Tamamen ayrılmış adeziv tabaka ve kompozit rezin. b) Koheziv tip kopma: Kompozitte kırılma yüzeyi esas olarak kohezivdir. Az miktarda adeziv tabaka ve bond yüzeyi görülebilir. c) Miks tip kopma: Hem kompozit tabaka hem de kalan bond yüzeyi görülebilir. Küçük miktarlarda adeziv tabaka görülebilir. C: Kompozit rezin; D: Dentin.

lülü ve bağlanma dayanımının arttığı bildirilmiştir.¹⁷ Bu nedenle bu çalışmada, diğer çapraz bağlayıcılar yerine EDC solüsyonu 1M konsantrasyonunda kullanılmıştır ve 60 sn süreyle dentine uygulanmıştır.¹⁴

Bu çalışmada, EDC solüsyonunun hazırlanması için çözücü olarak aseton kullanılmıştır. EDC solüsyonu için kullanılan çeşitli çözücülerin çapraz bağlanma potansiyelini etkilediği bulunmuştur. Ekambaram ve ark. asetonun EDC solüsyonu yap-

mak için bir çözücü olarak kullanılması durumunda, elastikiyet modülünün önemli ölçüde arttığını, solvent olarak su ve etanolün kullanıldığı zaman elde edilen sonuçların aksine demineralize dentinin nihai gerilim dayanımının korunmasının yanı sıra şişme oranının da önemli ölçüde azaldığını bulmuşlardır.¹¹ Böylece EDC'nin dentin kollajen çapraz bağlama potansiyelinin çözücü olarak aseton kullanılarak artırılacağı sonucuna varılabilir.

Bu çalışmada, adezivlerin uygulanmasından önce EDC solüsyonuyla yüzey tedavisi yapılması, erken dönem gruplar ve yaşlandırma sonrası gruplar kendi aralarında kıyaslandığında mikrogerilim bağlanma dayanımı değerlerini istatistiksel olarak etkilememiştir. Bu çalışmada, EDC'nin dentine uygulandığı gruplar yapay tükürükte 6 ay saklandıktan sonra istatistiksel olarak anlamlı olmamasına rağmen bağlanma dayanımında sayısal olarak daha az düşüş göstermiştir. Çalışmamıza benzer şekilde Singh ve ark. yaptıkları bir in vitro çalışmada, tek aşamalı SE adezivlerin bağlanma performansı üzerine etilendiamintetraasetik asit ve EDC yüzey tedavisi erken dönem ve 6 ay yapay tükürükte yaşlandırma sonrası etkisini incelemişlerdir.¹⁸ EDC yüzey tedavisinin adezivlerden herhangi birinin erken ve geç dönemdeki bağlanma dayanımı değerleri arasında anlamlı bir farklılık oluşturmamıştır. Ayrıca Bedran-Russo ve ark. bir in vitro çalışmada, EDC'nin dentin matrisi ve rezin-dentin bağları üzerindeki uzun vadeli etkisini araştırmışlardır.¹⁰ Dental adeziv olarak E&R ve universal adeziv uygulamışlardır. Dentin yüzey tedavisi, erken dönem EDC grubunun μ TBS değerlerini artırmamış olup, geç dönemde EDC grubunun μ TBS değerlerinin EDC uygulanmayan kontrol gruplarına kıyasla istatistiksel olarak anlamlı bir şekilde stabil kalmasını sağlamıştır. Örneklerin dentin kesitlerinin yapay tükürükte bir yıl saklanmasından sonra kontrol grubunun tamamen degradasyona uğrayarak bağ kaybının arttığı gözlenmiştir ve bu bağ kaybı istatistiksel olarak anlamlı bulunmuştur. Mazzoni ve ark. yaptıkları bir in-vitro çalışmada, E&R adeziv sistemlerinin bağ stabilitesi üzerine EDC'nin etkisini incelemişlerdir.¹⁵ EDC solüsyonunun kullanımı, dentine erken dönem bağlanma dayanımını etkilemediğini, ancak test edilen her iki adeziv için 1 yıl yapay tükürükte yaşlandırma sonrası bile EDC yüzey tedavisi yapılmayan gruplara kıyasla bağ kuvvetinin korunmasına katkıda bulunduğunu bulmuşlardır. Scheffel et al. E&R adeziv uygulamasından önce 30 ve 60 sn gibi kısa bir süre için dentine uygulanan 0,5 mol/L EDC'nin, yapay tükürükte örneklerin dentin kesitleri şeklinde 1 yıl saklanmasından sonra rezin-dentin bağı bozulmasını önleyebildiğini göstermişlerdir.¹⁹

Mazzoni ve ark., bir in vitro çalışmada, dentine adeziv uygulamasından önce 0,3 M EDC yüzey te-

davisi yapılmasının hem SE hem de universal adezivler için erken dönem etkisinin olmadığını ve 0,3 M EDC'nin her iki adeziv öncesi uygulanması sonrası, örneklerin dentin kesitleri şeklinde 1 yıl saklanmasından sonra kontrol grubuyla karşılaştırıldığında benzer μ TBS değerleri gösterdiğini bildirmişlerdir.²⁰ Singh ve ark. yaptıkları bir in-vitro çalışmada, dentin biyomodifiye edicilerinin E&R adezivlerin dentine erken ve geç dönem makaslama bağlanma dayanımları üzerine etkisini incelemişlerdir.¹³ EDC, epigallocatekin-gallat, minosiklinin kullanıldığı grupların erken dönem bağlanma dayanımları ile 6 ay yapay tükürükte yaşlandırma sonrası bağlanma dayanımları arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılıklar olmadığını göstermişlerdir. Çalışmamızda geç dönemde yüzey tedavisi yapılmayan kontrol grubuna kıyasla EDC'li gruplar arasında fark olmamasının nedeni, 6 aylık yaşlandırma süresi, kullanılan adeziv sistem, test metodolojisindeki farklılıklar ve örneklerin kesitlere ayrılmadan tam formda saklanması olabilir. Örneklerin saklanmadan önce 1 mm²lik kesitler olarak saklanması örneklerin kesit alanını azaltır, bu da suyun hibrit tabaka boyunca daha hızlı difüzyonuna izin verir. Suda saklama sırasında, 1 mm²lik çubuk şeklindeki kesitlerdeki bağ degradasyonu, adeziv arayüzte artan su erişilebilirliği nedeniyle bütün bir diş olarak saklanana kıyasla daha hızlıdır.²¹ Ek olarak EDC ile tedavi edilmiş örneklerin farklı bağ koruma kapsamı, çapraz bağlanma sonrası test edilen bonding ajanlarının dentin kollajen matrisi ile farklı etkileşimi ve farklı MMP aktivasyon modlarına neden olabilecek endojen MMP'lere duyarlılıkları ile ilgili olabilir.⁵

Bu çalışmada, SBU uygulama modu farketmesizin CUB'dan istatistiksel olarak daha iyi bağlanma dayanım değerleri göstermiştir. Çalışmamıza benzer şekilde Chen ve ark. dentine bağlanan 5 universal adezivin kısa dönem in vitro performansını inceledikleri bir çalışmada; CUB, SBU'dan daha düşük bağlanma dayanımı değerleri göstermiştir.²² Bu durum, 2 bonding sisteminin davranışlarındaki farklılıklar bileşimleriyle ilişkili olabilir. SBU adezivin yüksek bağlanma dayanımı göstermesinin içeriğinde bulunan polialkenoik asit kopolimeri [polyalkenoic acid copolymer (PAC)] ile ilişkili olabilir.²³ PAC, hidroksiapatit içindeki Ca-bağlanma bölgeleri için MDP monomeriyle rekabet edebilir ve yüksek mole-

kül ağırlığı nedeniyle polimerizasyon sırasında monomer yaklaşımını önleyebilir ve cam iyonomer malzemelerinde kimyasal ve spontan olarak hidroksiapatite bağlanır.^{24,25}

Bu çalışmada, universal adezivlerin E&R ve SE modunda kullanımları arasında bağlanma dayanımı bakımından istatistiksel olarak anlamlı farklılıklar gözlenmemiştir. Çalışmamıza benzer şekilde Perdigão ve ark. SBU'nun E&R ve SE modunda çürüksüz servikal lezyonlar üzerinde test ettikleri 6, 18 ve 36 aylık 3 adet klinik çalışma yapmışlar ve çalışmalarının sonuçlarına göre 6, 18 ve 36 ayın sonunda universal adezivin klinik davranışı üzerinde uygulama stratejisinin etkisinin olmadığını bildirmişlerdir.^{25,26} Bunun yanında Rosa ve ark.nın yaptığı başka bir çalışmada da universal adezivlerin bağlanma dayanımını inceledikleri sistematik derleme ve metaanalizde, adeziv öncesi asit kullanımının universal adezivler için dentin bağlanma dayanımını etkilemediğini göstermişlerdir.²⁷ Bununla birlikte asidik monomerlerin içeriği bağlanma dayanımını etkileyebilir; bağlanmanın stabilitesi için dentine adezyonda ılımlı SE adeziv önerilir.³ İlimli adeziv sistemler olarak değerlendirilen universal adezivlerin, E&R ve SE yaklaşımları arasında dentin bağlanma dayanımı bakımından hiçbir farklılık göstermediği göz önüne alındığında, bu materyallerin, SE modunda kullanılmaları postoperatif hassasiyet riskini ve kollajen fibrillerin zamanla bağ stabilitesini tehlikeye atabilecek degradasyon olaylarına maruz kalma ihtimalini azaltabilir.²⁸

Bu çalışmada, 2 farklı universal adezivin ve EDC'nin dentine bağlanma dayanımına etkisini değerlendirmek için µTBS testi kullanılmıştır. Makaslama bağlanma dayanımı testleri, debonding işlemi sırasında homojen olmayan stresler üretme eğilimindedir ve dentin içinde koheziv kopmalara neden olur. Bununla birlikte dentin içerisindeki koheziv kırıklar, klinik olarak gerçek kavitelerdeki ilgili başarısızlık mekanizmasını temsil etmemektedir. Bu nedenle bu çalışmada, mikrogerilim testi tercih edilmiştir.

Bu çalışmada, kopma tipleri SEM ile incelenerek belirlenmiştir. Genellikle başarısızlık modları stereomikroskopi ile incelenir. Bu bilgi yararlı olsa da sadece düşük güçlü mikroskopi ile yapılan değerlendirilen,

dirmenin, kırılmış yüzeydeki materyallerin ve başarısızlık modlarının ayrımının hatalı yorumlanmasına neden olabileceği kabul edilmiştir.²⁹ Erken dönemde en fazla miks kopma tipi gözlenirken, geç dönemde miks kopma tipi azalmış, adeziv kopma tipi artmıştır. Adeziv kopma, materyalde kırık oluşumuna neden olan koheziv kırığa tercih edilen bir kopma tipidir. Buna rağmen bağlanma dayanımının fazla olmasıyla daha çok koheziv tip kopmalar görülmektedir. SBU gruplarında erken ve geç dönem kopma tipleri benzer olup en fazla koheziv kopma tipi görülürken, CUB gruplarında en fazla miks kopma tipi gözlenmiştir. Bu durum, SBU'nun bağlanma dayanım değerlerinin daha yüksek olmasıyla açıklanabilir.³⁰ Geç dönemde daha fazla adeziv başarısızlık görülmesinin sebebi yaşlandırma sonrası kollajen matriksinin hidrolitik bozunmasının ve rezin elüsyonunun daha fazla olmasına bağlı olarak grupların bağlanma dayanımının azalması olabilir.²

SONUÇ

Karbodimid kullanılan grupların erken ve geç dönem bağlanma değerleri arasında fark bulunmamıştır.

EDC'nin uygulama formunun, farklı konsantrasyon ve uygulama süresinin, farklı çağdaş adeziv sistemlerinin dentine uzun dönem bağlanma etkinliği üzerindeki etkisini değerlendirmek için daha fazla çalışma gereklidir. Bu konuyla ilgili in vivo çalışmalara ve klinik takiplere ihtiyaç duyulmaktadır.

Bu çalışmanın sınırları dâhilinde aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır. 1) Dentin yüzeyinin EDC solüsyonuyla tedavisi, istatistiksel olarak fark olmamasına rağmen test edilen universal adezivler için 6 aylık yaşlandırma süresi boyunca EDC solüsyonu uygulanmayan gruplara göre rezin-dentin bağının korunmasını sağlamış ve bağlanma kuvvetinin sayısal olarak daha az kaybına neden olmuştur. 2) SBU, CBU'dan daha iyi bağlanma dayanımı değerleri göstermiştir. 3) Universal adezivlerin E&R ve SE modunda kullanımları arasında bağlanma dayanımı bakımından fark gözlenmemiştir.

Finansal Kaynak

Bu araştırma, Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırmalar ve Projeler Koordinatörlüğü (Proje no: 2018-7903) tarafından desteklenmiştir.

Çıkar Çatışması

Bu çalışma ile ilgili olarak yazarların ve/veya aile bireylerinin çıkar çatışması potansiyeli olabilecek bilimsel ve tıbbi komite üyeliği veya üyeleri ile ilişkisi, danışmanlık, bilirkişilik, herhangi bir firmada çalışma durumu, hissedarlık ve benzer durumları yoktur.

Yazar Katkıları

Fikir/Kavram: Ayşe Nur Doğan; **Tasarım:** Soley Arslan; **Denetleme/Danışmanlık:** Soley Arslan; **Veri Toplama ve/veya İşleme:** Ayşe Nur Doğan; **Analiz ve/veya Yorum:** Soley Arslan; **Kaynak Taraması:** Ayşe Nur Doğan; **Makalenin Yazımı:** Ayşe Nur Doğan; **Eleştirel İnceleme:** Soley Arslan; **Kaynaklar ve Fon Sağlama:** Soley Arslan; **Malzemeler:** Ayşe Nur Doğan.

KAYNAKLAR

- Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B, et al. Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine. J Dent. 2012;40(6):475-84. [Crossref] [PubMed]
- Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. Dent Mater. 2008;24(1):90-101. [Crossref] [PubMed]
- Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. Dent Mater. 2011;27(1):17-28. [Crossref] [PubMed]
- Liu Y, Tjäderhane L, Breschi L, Mazzoni A, Li N, Mao J, et al. Limitations in bonding to dentin and experimental strategies to prevent bond degradation. J Dent Res. 2011;90(8):953-68. [Crossref] [PubMed] [PMC]
- Nishitani Y, Yoshiyama M, Wadgaonkar B, Breschi L, Mannello F, Mazzoni A, et al. Activation of gelatinolytic/collagenolytic activity in dentin by self-etching adhesives. Eur J Oral Sci. 2006;114(2):160-6. [Crossref] [PubMed]
- De Munck J, Van den Steen PE, Mine A, Van Landuyt KL, Poitevin A, Opdenakker G, et al. Inhibition of enzymatic degradation of adhesive-dentin interfaces. J Dent Res. 2009;88(12):1101-6. [Crossref] [PubMed]
- Tjäderhane L, Nascimento FD, Breschi L, Mazzoni A, Tersariol IL, Geraldi S, et al. Strategies to prevent hydrolytic degradation of the hybrid layer-A review. Dent Mater. 2013;29(10):999-1011. [Crossref] [PubMed] [PMC]
- Bedran-Russo AK, Pashley DH, Agee K, Drummond JL, Miescke KJ. Changes in stiffness of demineralized dentin following application of collagen crosslinkers. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2008;86(2):330-4. [Crossref] [PubMed]
- Cova A, Breschi L, Nato F, Ruggeri A Jr, Carrilho M, Tjäderhane L, et al. Effect of UVA-activated riboflavin on dentin bonding. J Dent Res. 2011;90(12):1439-45. [Crossref] [PubMed] [PMC]
- Bedran-Russo AK, Vidal CM, Dos Santos PH, Castellan CS. Long-term effect of carbodiimide on dentin matrix and resin-dentin bonds. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2010;94(1):250-5. [Crossref] [PubMed] [PMC]
- Ekambaram M, Yiu CK, Matinlinna JP. Effect of solvents on dentin collagen cross-linking potential of carbodiimide. J Adhes Dent. 2015;17(3):219-26. [PubMed]
- Scheffel DL, Hebling J, Scheffel RH, Agee KA, Cadenaro M, Turco G, et al. Stabilization of dentin matrix after cross-linking treatments, in vitro. Dent Mater. 2014;30(2):227-33. [Crossref] [PubMed] [PMC]
- Singh P, Nagpal R, Singh UP. Effect of dentin biomodifiers on the immediate and long-term bond strengths of a simplified etch and rinse adhesive to dentin. Restor Dent Endod. 2017;42(3):188-99. [Crossref] [PubMed] [PMC]
- Blake-Haskins JC, Mellberg JR, Snyder C. Effect of calcium in model plaque on the anticaries activity of fluoride in vitro. J Dent Res. 1992;71(8):1482-6. [Crossref] [PubMed]
- Mazzoni A, Angeloni V, Apolonio FM, Scotti N, Tjäderhane L, Tezvergil-Mutluay A, et al. Effect of carbodiimide (EDC) on the bond stability of etch-and-rinse adhesive systems. Dent Mater. 2013;29(10):1040-7. [Crossref] [PubMed]
- Tezvergil-Mutluay A, Mutluay MM, Agee KA, Seseogullari-Dirihan R, Hoshika T, Cadenaro M, et al. Carbodiimide cross-linking inactivates soluble and matrix-bound MMPs, in vitro. J Dent Res. 2012;91(2):192-6. [Crossref] [PubMed] [PMC]
- Bedran-Russo AK, Pereira PN, Duarte WR, Drummond JL, Yamauchi M. Application of crosslinkers to dentin collagen enhances the ultimate tensile strength. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2007;80(1):268-72. [Crossref] [PubMed]
- Singh P, Nagpal R, Singh UP, Manuja N. Effect of carbodiimide on the structural stability of resin/dentin interface. J Conserv Dent. 2016;19(6):501-9. [Crossref] [PubMed] [PMC]
- Scheffel DL, Delgado CC, Soares DG, Basso FG, de Souza Costa CA, Pashley DH, et al. Increased durability of resin-dentin bonds following cross-linking treatment. Oper Dent. 2015;40(5):533-9. [Crossref] [PubMed] [PMC]
- Mazzoni A, Angeloni V, Comba A, Maravic T, Cadenaro M, Tezvergil-Mutluay A, et al. Cross-linking effect on dentin bond strength and MMPs activity. Dent Mater. 2018;34(2):288-95. [Crossref] [PubMed]
- Hashimoto M, Fujita S, Nagano F, Ohno H, Endo K. Ten-years degradation of resin-dentin bonds. Eur J Oral Sci. 2010;118(4):404-10. [Crossref] [PubMed]
- Chen C, Niu LN, Xie H, Zhang ZY, Zhou LQ, Jiao K, et al. Bonding of universal adhesives to dentine--Old wine in new bottles? J Dent. 2015;43(5):525-36. [Crossref] [PubMed]
- McLean DE, Meyers EJ, Guilloery VL, Vandewalle KS. Enamel bond strength of new universal adhesive bonding agents. Oper Dent. 2015;40(4):410-7. [Crossref] [PubMed]
- Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, Hayakawa S, Torii Y, Ogawa T, et al. Self-assembled Nano-layering at the Adhesive interface. J Dent Res. 2012;91(4):376-81. [Crossref] [PubMed]
- Perdigão J, Kose C, Mena-Serrano AP, De Paula EA, Tay LY, Reis A, et al. A new universal simplified adhesive: 18-month clinical evaluation. Oper Dent. 2014;39(2):113-27. [Crossref] [PubMed]

26. Loguercio AD, de Paula EA, Hass V, Luque-Martinez I, Reis A, Perdigão J. A new universal simplified adhesive: 36-Month randomized double-blind clinical trial. *J Dent.* 2015;43(9):1083-92. [[Crossref](#)] [[PubMed](#)]
27. Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *J Dent.* 2015;43(7):765-76. [[Crossref](#)] [[PubMed](#)]
28. Marchesi G, Frassetto A, Mazzoni A, Apolonio F, Diolosa M, Cadenaro M, et al. Adhesive performance of a multi-mode adhesive system: 1-year in vitro study. *J Dent.* 2014;42(5):603-12. [[Crossref](#)] [[PubMed](#)]
29. Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dent Mater.* 2010;26(2):e78-93. [[Crossref](#)] [[PubMed](#)]
30. Durmuşlar S, Ölmez A. Microtensile bond strength and failure modes of flowable composites on primary dentin with application of different adhesive strategies. *Contemp Clin Dent.* 2017;8(3):373-9. [[Crossref](#)] [[PubMed](#)] [[PMC](#)]