

**T.C.
RECEP TAYYİP ERDOĞAN ÜNİVERSİTESİ
DİŞ HEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ**

**FLOR İÇEREN UNIVERSAL ADEZİVLERİN DENTİNE BAĞLANMA
STABİLİTESİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ**

Dt. Mehtap KABA

Restoratif Diş Tedavisi Ana Bilim Dalı

Uzmanlık Tezi

**Tez Danışmanı
Prof. Dr. Muhammet KARADAŞ**

RİZE-2025

**T.C.
RECEP TAYYİP ERDOĞAN ÜNİVERSİTESİ
DİŞ HEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ**

**FLOR İÇEREN UNIVERSAL ADEZİVLERİN DENTİNE BAĞLANMA
STABİLİTESİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ**

Dt. Mehtap KABA

Restoratif Diş Tedavisi Ana Bilim Dalı

Uzmanlık Tezi

**Tez Danışmanı
Prof. Dr. Muhammet KARADAŞ**

RİZE-2025

KABUL VE ONAY

Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi Endodonti Anabilim dalında, Prof. Dr. Muhammet KARADAŞ danışmanlığında, Arş. Gör. Dt. Mehtap KABA tarafından hazırlanan “Flor İçeren Universal Adezivlerin Dentine Bağlanma Stabilitésinin Değerlendirilmesi” adlı bu tez çalışması, 09.09.2025 tarihinde yapılan savunma sınavı sonucunda oy birliğı/oy çokluğuyla başarılı bulunarak jürimiz tarafından Uzmanlık Tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Başkan

Üye

Üye

Unvan, Adı Soyadı

: Prof. Dr. Muhammet KARADAŞ

: Doç. Dr. Güneş BULUT EYÜBOĞLU

: Dr. Öğr. Üyesi Fatih BEDİR

ETİK BEYAN

Restoratif Diş Tedavisi programından mezun olmak üzere teslim ettiğim ‘Flor İçeren Universal Adezivlerin Dentine Bağlanma Stabilitésinin Değerlendirilmesi’ adlı tezim, bilim ve araştırma prensiplerine riayet edilerek tarafımca yazılmıştır.

Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi Diş Hekimliği Fakóltesi Tez Yazım Kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmasında,

- Tez içinde sunduğum verileri, bilgileri ve dokümanları akademik ve etik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi
- Tüm bilgi, belge, değerlendirme ve sonuçları bilimsel etik ve ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
- Tez çalışmasında yararlandığım eserlerin tümüne uygun atıfta bulunarak kaynak gösterdiğimi,
- Kullanılan verilerde herhangi bir değişiklik yapmadığımı,
- Bu tezde sunduğum çalışmanın özgün olduğunu,

Bildirir, aksi bir durumda aleyhime doğabilecek tüm hak kayıplarını kabullendiğimi beyan ederim.

Mehtap KABA

TEŞEKKÜR

Uzmanlık eğitimim boyunca bana sabır, özveri ve içtenlikle her konuda yol gösteren, tez çalışmam sırasında ilgi ve yardımını hiçbir zaman esirgemeyen çok değerli tez danışmanım Prof. Dr. Muhammet KARADAŞ'a

Hem klinik hem de akademik alanda değerli bilgi ve görüşleri ile yol gösteren değerli hocam Dr. Öğr. Üyesi Fatih BEDİR'e

Beraber çalışmaktan mutluluk duyduğum değerli araştırma görevlisi arkadaşlarım ve tüm bölüm personeline,

Hayatım boyunca bana sevgi, anlayış ve sabır gösteren, koşullar ne olursa olsun maddi ve manevi desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen, aldığım tüm kararlarda her zaman yanımda olan, bu noktaya gelmemde tartışmasız en önemli etkiye sahip canım aileme,

Sonsuz Teşekkürlerimi Sunarım.

Mehtap KABA

İÇİNDEKİLER

ETİK BEYAN	I
TEŞEKKÜR	II
İÇİNDEKİLER	III
ÖZET	V
ABSTRACT.....	VI
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	VII
TABLolar DİZİNİ.....	X
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	XI
1.GİRİŞ	1
2.GENEL BİLGİLER.....	3
2.1.Adezyon	3
2.2. Mine Dokusuna Adezyon	4
2.3. Dentine Adezyon	4
2.3.1. Dentinin Yapısal Özellikleri	4
2.3.2. Dentine Adezyonu Etkileyen Faktörler.....	5
2.3.2.2. Yüzey Düzenleyiciler (Conditioner).....	6
2.3.2.3. Primer.....	7
2.3.2.4. Nemli Bağlanma	8
2.3.2.5. Adeziv Resin.....	8
2.3.2.6. Hibrit Tabaka	8
2.3.2.7 Resin Uzantıları (Resin Tag)	9
2.3.2.8. Nanosızıntı	9
2.4. Adeziv Sistemlerin Sınıflandırılması.....	9
2.4.1. Etch & Rinse Adeziv Sistemler.....	10
2.4.2. Self Etch Adeziv Sistemler	10
2.4.3. Cam İyonomer Bazlı Adeziv Sistemler.....	13
2.4.4. Universal Adeziv Sistemler.....	13
2.5. Yaşlandırma Yöntemleri.....	15
2.5.1. Suda Bekletme Yöntemi ile Yaşlandırma	15
2.5.2 Termal Siklus Yöntemi ile Yaşlandırma.....	16
2.5.3. pH Siklus Yöntemi ile Yaşlandırma	16
2.5.4. NaOCl Solüsyonunda Bekletme Yöntemi ile Yaşlandırma	17
2.5.5. Mekanik Yükleme ile Yaşlandırma	17

2.5.6. Enzim Yöntemi ile Yaşlandırma	17
2.6. Bağlanma Dayanımı Testleri	17
2.6.1. Makromakaslama Bağlanma Dayanım Testi	18
2.6.2. Makro-Tensile Bağlanma Dayanım Testi	18
2.6.3. Mikro-Tensile Bağlanma Dayanım Testi	19
2.6.4. Mikromakaslama Bağlanma Dayanım Testi	19
2.6.5. Push-Out (İtme) Testi.....	20
2.7. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)	20
2.8. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM).....	21
3.GEREÇ VE YÖNTEM.....	22
3.1. Dişlerin Hazırlanması	22
3.2. Çalışmada Kullanılan Materyaller	24
3.3. Çalışma Gruplarının Oluşturulması	26
3.4. Adeziv Prosedür.....	27
3.4.1. Asit Uygulanması.....	27
3.4.2. Adeziv Uygulanması ve Restorasyon	27
3.5.µTBS Testi	30
3.6.Termal Siklus ile Yaşlandırma Yapılması	31
3.7.pH Siklus ile Yaşlandırma Yapılması.....	32
3.8.Kırılma Tiplerinin Değerlendirilmesi	33
3.9.SEM Analizi	34
3.10.Universal Adezivlerin Dönüşüm Derecelerinin Değerlendirilmesi.....	35
3.11.İstatistiksel Analiz.....	37
4.BULGULAR.....	38
4.1.µTBS Bulguları.....	38
4.2.Kırılma Başarısızlık Tipi Bulguları	42
4.3.FTIR Analizi Bulguları.....	43
4.4.SEM Analizi Bulguları	44
5. TARTIŞMA.....	46
6. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	61
KAYNAKLAR	63
EKLER	87
EK-1. Öz Geçmiş	87
EK-2. Etik Kurul Onay Formu	88
EK-3. İntihal Raporu.....	89

ÖZET

Flor İçeren Universal Adezivlerin Dentine Bağlanma Stabilitesinin Değerlendirilmesi

Amaç: Bu çalışma; flor içeren universal adezivlerin self etch ve etch and rinse yöntemleri ile kullanımının adeziv-dentin arayüzlerine etkisini hem anlık hem de farklı yaşlandırma uygulamalarından sonra mikrotensile bağlanma gücü verileriyle değerlendirmeyi amaçladı.

Gereç ve Yöntem: Altmış insan molar dişi rastgele olarak üç gruba ($n = 20$) ayrıldı: Clearfil Universal Bond Quick, Clearfil Universal Bond ve Zipbond Universal. Her adeziv grubu, uygulama moduna göre iki alt gruba ($n = 10$) bölündü. Restorasyon işlemlerinden sonra elde edilen dentin çubukları, yaşlandırma koşullarına göre üç alt gruba (24 saat, termal siklus ve pH siklusu) dağıtıldı. Yaşlandırma sürelerinin sonunda μ TBS testi uygulandı. Adezivlerin dönüşüm dereceleri ATR-FTIR spektroskopisi ile belirlendi. μ TBS sonuçları üç yönlü ANOVA ve Tukey HSD testi, DC verileri ise tek yönlü ANOVA ve Bonferroni testi ile analiz edildi ($\alpha = 0,05$).

Bulgular: Adeziv ajan ($p = 0,001$) ve uygulama modu ($p = 0,007$) değişkenleri bağlanma dayanımını anlamlı düzeyde etkiledi. Yaşlandırma işlemleri ise anlamlı bir farklılık oluşturmadi ($p > 0,05$). ZBU, CBQ ve CBU'ya kıyasla daha yüksek bağlanma dayanımı sergiledi. 24 saatlik sonuçlarda ZBU E&R grubu, CBQ E&R grubuna göre daha yüksek μ TBS gösterdi. Subtotal bağlanma dayanımları değerlendirildiğinde, ZBU SE grubu, CBQ ve CBU'nun E&R gruplarına kıyasla anlamlı derecede daha yüksek μ TBS gösterdi. CBQ'nun DC değeri, CBU ve ZBU'ya kıyasla anlamlı derecede daha düşük bulundu.

Sonuç: Universal adezivlerin uygulama modu, bağlanma dayanımında anlamlı bir fark yaratmadı. Yaşlandırma uygulamalarının dentine bağlanma dayanımı üzerinde etkili olmadığı gözlemlendi. Flor içerikli universal adezivlerin kimyasal yapısı ve uygulama yöntemlerinin, dentin üzerinde ölçülen μ TBS değerleri üzerinde farklı etkilere yol açabileceği belirlendi.

Anahtar Kelimeler: Adezyon, DC, SEM, Sodyum Florür, Universal Adeziv, μ TBS

ABSTRACT

Evaluation of the Dentin Bonding Stability of Fluoride-Containing Universal Adhesives

Aim: This study aimed to evaluate the effects of fluoride-containing universal adhesives applied with self-etch (SE) and etch-and-rinse (E&R) strategies on the adhesive–dentin interface, both immediately and after different ageing protocols, using microtensile bond strength (μ TBS) data.

Material and Method: Sixty human molars were randomly assigned into three groups ($n = 20$): Clearfil Universal Bond Quick, Clearfil Universal Bond, and Zipbond Universal. Each adhesive group was further subdivided into two subgroups according to the application mode ($n = 10$). After the restorative procedures, the obtained dentin sticks were allocated into three subgroups based on the ageing conditions (24 h, thermocycling, and pH cycling). Following ageing, μ TBS testing was performed. The degree of conversion of the adhesives was determined using ATR-FTIR spectroscopy. μ TBS data were analyzed by three-way ANOVA and Tukey's HSD test, and DC data were analyzed by one-way ANOVA and Bonferroni test ($\alpha = 0,05$).

Results: Both the adhesive system ($p = 0,001$) and application mode ($p = 0,007$) significantly affected bond strength. Ageing protocols showed no significant effect ($p > 0,05$). ZBU exhibited higher bond strength compared with CBQ and CBU. At 24 h, the ZBU E&R group showed significantly higher μ TBS than the CBQ E&R group. When the subtotal bond strength were evaluated, the ZBU SE group exhibited significantly higher μ TBS compared to the E&R groups of CBQ and CBU. The DC value of CBQ was significantly lower compared with both CBU and ZBU.

Conclusion: The application mode of universal adhesives did not create a significant difference in bond strength. Ageing protocols did not affect the dentin bond strength. The chemical composition and application strategies of fluoride-containing universal adhesives were found to exert different effects on the μ TBS values measured on dentin.

Key Words: Adhesion, DC, SEM, Sodium Fluoride, Universal Adhesive, μ TBS

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

10-MDP	:10-Metakriloiloksidetil Dihidrojen Fosfat
ABD	: Amerika Birleşik Devletleri
ABRZ	: Acid Base Resistant Zone
ABU	: All Bond Universal
ANOVA	: Varyans Analizi
ark.	: Arkadaşlar
ATR-FTIR	: Attenuated Total Reflectance-Fourier Transform İnfrared Spectroscopy
A.Ş.	: Anonim Şirketi
Bis-EMA	: Bisfenol A Diglisidil Metakrilat Etoksilad
Bis-GMA	: Bisfenol A diglisidil metakrilat
>	: Büyük
≥	: Büyük-eşit
C	: Karbon
Ca	: Kalsiyum
CBU	: Clearfil Universal Bond
CBQ	: Clearfil Universal Bond Quick
C faktör	: Konfigürasyon Faktörü
CH₃COOH	: Asetik Asit
Ca(NO₃)₂	: Kalsiyum Nitrat
Ca₁₀(PO₄)₆(OH)₂	: Hidroksiapatit
°C	: Santigrat Derece
cm	: Santimetre
cm⁻¹	: Dalga Sayısı Aralığı
cp	: sentipoaz

df	: Serbestlik Derecesi
dynes/cm	: Yüzey Gerilim Birimi
E&R	: Etch and Rinse
H₂O	: Su
HCl	: Hidroklorik Asit
HEMA	: Hidroksi Etil Metakrilat
IR	: İnfrared
ISO	: Uluslararası Standardizasyon Organizasyonu
KCl	: Potasyum Klorür
KH₂PO₄	: Monopotasyum Fosfat
kV	: Kilovolt
KYG	: Kritik Yüzey Gerilim Değeri
<	: Küçük
≤	: Küçük-eşit
LED	: Light Emitting Diode
ml	: Mililitre
mm	: Milimetre
mm²	: Milimetre Kare
mm/Hg	: Milimetre/Civa
MPa	: Megapaskal
MMP	: Matriks metalloproteinaz
mW	: Megawatt
n	: Örnek Sayısı
N	: Newton
NaOCl	: Sodyum Hipoklorit

NaF	: Sodyum Florür
nm	: Nanometre
p	: İstatistik Anlamlılık
PEGDMA	: Polietilen Glikol Dimetilakrilat
pH	: Power of Hydrogen
PLC	: Programlanabilir Mantıksal Denetleyici
SBU	: Scotchbond Universal
SS	: Standart Sapma
SE	: Self Etch
SEM	: Scanning Electron Microscope
Sig.	: İstatistik Anlamlılık
sn	: Saniye
SPSS	: Statistical Package for the Social Sciences
TEGDMA	: Trietilen Glikol Dimetakrilat
TEM	: Transmisyon Elektron Mikroskobu
UDMA	: Ürethan Dimetakrilat
Zn	: Çinko
µl	: Mikrolitre
µm	: Mikrometre
µM	: Mikromolar
µTBS	: Mikro Tensile Bond Strength
~	: Yaklaşık
%	: Yüzde

TABLÖLAR DİZİNİ

Tablo 3. 1. Çalışmada Kullanılan Materyallerin İçerikleri ve Uygulama Yöntemleri...	29
Tablo 4. 1. Üç yönlü varyans analizinin sonuçları.....	38
Tablo 4. 2. Adeziv ajanların ortalama μ TBS ($\pm$ SD) değerleri (Mpa).....	40
Tablo 4. 3. Gruplara Ait Kırılma Tipleri (n) ve Dağılımı (%)	43
Tablo 4. 4. Adeziv ajanların ortalama DC ($\pm$ SD) değerleri	44



ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 3. 1. Dişlerin akriliğe gömülmesi.....	23
Şekil 3. 2. “Micracut 152” hassas kesim cihazı.....	23
Şekil 3. 3. Dişin hassas kesim cihazında okluzalden kesilmesi.....	24
Şekil 3. 4. K-Etchant Syringe fosforik asit.....	25
Şekil 3. 5. Çalışmamızda kullanılan adeziv sistemler.....	25
Şekil 3. 6. 3M ESPE Z250 kompozit rezin.....	25
Şekil 3. 7. Çalışma Şeması.....	26
Şekil 3. 8. a. E&R grubundaki dişlere asit uygulanması b. Adeziv ajanların uygulanması.....	27
Şekil 3. 9. Valo Cordless LED ışık cihazı.....	28
Şekil 3. 10. Restore edilmiş örnek.....	28
Şekil 3. 11. Dişin uzun aksına paralel bukkolingual yönde yapılan seri kesimler.....	30
Şekil 3. 12. a. Dişin uzun aksına paralel meziodistal yönde yapılan seri kesim b. Dişin uzun aksına dik olarak yapılan kesim.....	30
Şekil 3. 13. Bir dişten elde edilen dentin çubukları.....	31
Şekil 3. 14. Termal siklus cihazı.....	31
Şekil 3. 15. A. Demineralizasyon solüsyonu B. Remineralizasyon solüsyonu.....	32
Şekil 3. 16. Mikro Gerilimli Test Cihazı.....	33
Şekil 3. 17. Mungeneye yapıştırılmış dentin çubuğu.....	33
Şekil 3. 18. “Stemi 305” stereomikroskop.....	34
Şekil 3. 19. a. Altın kaplama cihazı b. SEM cihazı.....	35
Şekil 3. 20. DC formülü.....	36
Şekil 3. 21. FTIR Cihazı.....	36
Şekil 4. 1. Adezivlerin ortalama μ TBS grafiği (Mpa).....	39

Şekil 4. 2. Adeziv modlarına göre μ TBS grafiği.....	41
Şekil 4. 3. Adezivlerin farklı yaşlandırma işlemleri sonrası μ TBS grafiği.....	41
Şekil 4. 4. Kırılma tiplerinin dağılımı.....	42
Şekil 4. 5. Adeziv ajanların infiltrasyonunun SEM görüntüleri; SE ve E&R uygulaması ($\times 1.500$ büyütme)	45



1. GİRİŞ

Kompozit rezin materyallerin diş hekimliğinde kullanımının giderek artmasıyla birlikte, bu materyallerin klinik başarılarında belirleyici rol oynayan adeziv sistemlerin etkinliği ve güvenilirliği daha büyük önem kazanmıştır. Adeziv sistemlerin tasarım ve geliştirilmesindeki temel amaç, klinik uygulamalarda operatöre bağımlılığı ve teknik duyarlılığı en aza indirirken, marjinal sızıntıyı önleyerek sekonder çürük oluşumunu engelleyen biyouyumlu sistemler ortaya koymaktır.¹

Son yıllarda geliştirilen ve “universal,” “multi-mode” ya da “çok amaçlı” olarak adlandırılan yeni nesil adeziv sistemler, uygulayıcının tercihine bağlı olarak self etch (SE) veya etch and rinse (E&R) tekniklerinden biriyle kullanılabilme seçeneği sunmaktadır.² Bu durum, universal adezivlerde yer alan 10-metakriloksi dihidrojen fosfatın (10-MDP), hidroksiapatitteki kalsiyum (Ca) iyonlarıyla oluşturduğu güçlü bağlanmaya dayanmaktadır.³

Dental adezivler için en önemli zorluk, farklı kompozisyona sahip sert dokular üzerinde benzer bağlanma etkinliği elde etmektir. Mineye bağlanma kanıtlanmışken, dentine bağlanma daha karmaşık ve zaman alıcı uygulama adımları gerektirir. Bu nedenle günümüz adezivleri teknik hassasiyeti yüksek materyaller olarak kabul edilmekte; küçük uygulama hataları bile erken bağlanma kaybına veya marjinal bozulmaya yol açabilmektedir.⁴ Adeziv-dentin bağlantısının kalitesi, monomerlerin kolajen lifleri arasındaki dentin aralıklarına nüfuz etme yeteneğine bağlıdır; bu infiltrasyon, stabil rezin uzantılarının oluşumunu sağlayarak dengeli bir hibrit tabakanın gelişimine katkıda bulunur.⁵

Dentin üzerinde en yüksek bağlanma etkinliğinin hangi uygulama modu ile sağlandığı literatürde halen tartışılan bir konudur.² Anlık ve yaşlandırma sonrası bağlanma performansı değerlendirildiğinde, her iki yöntem de kendine özgü üstünlükler

ve sınırlılıklar göstermektedir.⁶ Zamanla hibrit tabakanın degradasyona uğraması, özellikle universal adezivlerin E&R modunda kullanıldığı durumlarda önemli bir endişe kaynağı olmaya devam etmektedir. Bu durumun, adezivlerin bileşiminde bulunan çeşitli hidrofilik bileşenlerden ve asitle pürüzlendirilmiş kolajen fibrillerine monomerlerin tam olarak nüfuz edememesinden kaynaklandığı belirtilmektedir. Bağlanma dayanımının zaman içerisinde azalmasında, bu iki faktör temel etkenler olarak kabul edilmektedir.^{7,8}

Dentin–adeziv bağlantısında stabilitenin sağlanamaması, zamanla bağlanma dayanımının azalmasına ve restorasyonun başarısızlıkla sonuçlanmasına neden olmaktadır.⁹ Bileşiminde flor içeren dental adeziv sistemler, diş restorasyon ara yüzündeki mine çatlaklarından veya mikrosızıntıdan kaynaklanan sekonder çürüklerin oluşumunu engellemek için önerilmiştir.^{10, 11} Adezivlerden salınan florür, kalsiyum fosfatın çözünürlüğünü azaltabilir ve bu da hibrit tabakanın bozulmasını geciktirebilir. Kalsiyum fosfatın çözünebilir stabilitesinin artırılması bağlanma gücünün korunmasına yardımcı olabilir. Mineralize dentin matriksi, asidik koşullarda veya suda bekletme sırasında aktive olup salınabilen çeşitli enzimler içerirken, florür bu enzimlerin kolajen ve ester bağlarını parçalayan aktivitelerini inhibe ederek hibrit tabakanın yıkımını önleyebilir.^{12, 13}

Bu çalışmanın amacı; flor içeren universal adeziv sistemlerin iki farklı klinik uygulama yöntemi (SE ve E&R) ile kullanımının adeziv-dentin arayüzlerine etkisini hem anlık hem de farklı yaşlandırma uygulamalarından sonra mikrotensile bağlanma gücü (μ TBS) verileri ile değerlendirmektir.

2.GENEL BİLGİLER

2.1.Adezyon

Adezyon, materyaller arasındaki arayüzde meydana gelen moleküler etkileşimleri ifade etmektedir. Bu bağlanma süreci, genellikle bir aderent (veya substrat) üzerine uygulanan bir adezivın oluşturduğu ve fiziksel ya da kimyasal kuvvetlerle birbirine bağlanan bir arayüz aracılığıyla gerçekleşir.¹⁴ Uzun ömürlü ve dayanıklı bir adezyon için, substrat yüzeyinin yeterince temizlenmesi, adezivın yüzeyi etkin şekilde ıslatması, oluşan arayüzün dış etkilere karşı stabil olması ve bağlayıcı sistemin tam polimerizasyonunun gerçekleşmesi esastır.^{15, 16}

Adeziv ve adherent arasındaki etkileşim, kritik yüzey gerilimi (KYG), yüzeyin ıslanabilirliği ve temas açısı olmak üzere üç ana faktör tarafından belirlenir.¹⁴ Adezivın yüzey gerilimi, bağlanılacak yüzeyin (substratın) yüzey enerjisinden daha düşük olmalıdır.¹⁵ Genetik yapı, ağız hijyeni ve beslenme alışkanlıkları gibi bireysel değişkenler, diş dokusunun yüzey enerjisinde farklılıklara yol açabilmektedir. Bu değer genellikle 30–40 dynes/cm aralığındadır. Etkili adezyon için, adeziv sistemlerin yüzey geriliminin yaklaşık 20–30 dynes/cm değerlerinde olması önemlidir. Bağlanma yüzeyinde tükürük, dental plak, diştaşı, kan ya da enzimatik artıkların bulunması; ayrıca kurutma aşamasında kullanılan havada yağ veya nem partiküllerinin yer alması, diş dokusunun KYG'sini düşürerek adezyonun başarısını olumsuz yönde etkiler.¹⁷⁻¹⁹

Islanabilirlik, adezivın yüzeyde oluşturduğu temas açısıyla doğrudan ilişkilidir. Adeziv damlasının aderent yüzeye temas ettiği noktada meydana gelen açı, temas açısı olarak tanımlanır. Etkin bir ıslanma için bu açının sıfıra yakın olması gerekmektedir. Ayrıca, adezivın yüzeyi yeterli derecede ıslatabilmesi için uygun akıcılığa sahip olması önemlidir.^{14, 20}

2.2. Mine Dokusuna Adezyon

Mine dokusu; ağırlıkça yaklaşık %94–96 oranında inorganik yapıyı oluşturan hidroksiapatit kristalleri $[Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2]$, %1–2 oranında organik bileşikler ve %1–4 oranında sudan meydana gelmektedir.²¹ Yüksek inorganik içerik, mine dokusuna yüksek yüzey enerjisi kazandırırken; düşük su içeriği ise adezivin bağlanmasını kolaylaştıran bir faktördür.²²

1955 yılında Buonocore, mine yüzeyine %85’lik ortofosforik asit uygulanmasının, akrilik rezinlerin mineye bağlanmasını mümkün kıldığını göstermiştir.²³ Mine yüzeyinin asitle pürüzlendirilmesi, smear tabakasının uzaklaştırılması ve hidroksiapatit kristallerinin kısmen çözünmesi yoluyla mikroporöziteyi artırarak yüzeyin bağlanma alanı, yüzey enerjisi ve ıslanabilirliğini geliştirmektedir.²⁴ Adeziv sistemler, asitle pürüzlendirilmiş mine yüzeyinde oluşan mikroporözitelere penetre olarak rezin tagları meydana getirir. Bu yapı sayesinde, rezin ve mine arasında mikromekanik bir bağlanma sağlanır.²⁵

Mine yüzeyine kimyasal bağlanma ise, hidroksiapatit kristallerinde bulunan fosfat, hidroksil grupları veya Ca iyonları ile adeziv monomerler arasındaki reaksiyonlar sonucunda gerçekleşir.²⁶

2.3. Dentine Adezyon

2.3.1. Dentinin Yapısal Özellikleri

Dentin, dişin en geniş hacimine sahip sert dokusudur ve bu nedenle adeziv restorasyonların klinik başarısında belirleyici bir rol oynamaktadır.²⁷

İnsan dentini hacimce yaklaşık %50 inorganik ve %30 organik bileşenlerden oluşur. Organik içeriğin yaklaşık %90’ını Tip I kolajen, kalan %10’unu ise kolajen dışı proteinler oluşturur. Dentin, mineye göre daha az; sement ve kemiğe göre ise daha fazla mineralize bir dokudur. Dentin dokusunun mineral içeriği yaşla birlikte artış gösterir.

Hidroksiapatit kristallerinden meydana gelen mineral yapı, mine kristallerine göre daha düzensiz bir organizasyona sahiptir. Dentindeki kristaller, mine kristallerinden daha küçüktür; yaklaşık 20–100 nm uzunluğa ve 3 nm genişliğe sahiptir ve bu boyutlar kemik ve sementte gözlemlenen kristallerle benzerdir.²⁸

Dentin dokusu temel olarak; peritübüler dentin, intertübüler dentin, odontoblast uzantıları ve dentin tübüllerinden oluşan kompleks bir yapıya sahiptir. Dentin tübülleri, mine veya sement yüzeyinden başlayarak pulpaya doğru uzanan ve içerisinde odontoblastların sitoplazmik uzantılarını (Tomes fibrilleri) barındıran kanal sistemleridir.¹⁵ Dentin tübüllerinin iç yüzeyinde yer alan ve odontoblast uzantılarını çevreleyen, yüksek oranda mineralize olmuş dentin yapısı peritübüler dentin olarak adlandırılır.²⁹ Dentin matrisinin elastikiyetini belirleyen ve tübüller arasında yer alan intertübüler dentin peritübüler dentine kıyasla daha az mineralizedir.³⁰

2.3.2. Dentine Adezyonu Etkileyen Faktörler

Dentine adezyon, dokunun daha nemli ve kolajen açısından zengin yapısı nedeniyle mineye kıyasla daha karmaşık bir süreçtir.³¹ Mineye oranla daha yüksek protein içeren dentin, düşük bir yüzey enerjisine (44,8 dynes/cm) sahiptir.³²

Dentin adezyonunu etkileyen etkenler arasında; dentinin organik bileşimi, derinlik ve geçirgenliği, pulpal sıvının basıncı ve akışı, sklerotik ya da çürük dentin varlığı, smear tabakası, adeziv sistemin uygulama yöntemi ile izolasyon koşulları yer almaktadır.³³ Dentin tübülleri, içerdikleri dentin lenfi ile dentinin hidrate bir doku olmasına neden olur. Pulpadan mine-dentin sınırına doğru gerçekleşen sıvı akışı, tübül içerisinde zayıf ancak sürekli bir pulpal basınç oluşturarak dentinin geçirgenliğini etkiler.^{15,17,34} Dentin fonksiyona bağlı olarak zamanla kalsifiye doku birikimine devam etmesi nedeniyle bireyin yaşamı boyunca yapısal değişiklikler gösterir.^{35,36} Ayrıca çürük lezyonların

bulunduğu alanlarda oluşan β -trikalsiyum fosfat kristalleri, dentin yapısının mineralizasyonunu artırarak dentin geçirgenliğini anlamlı ölçüde azaltmaktadır.³⁶

Adezyon, diş preparasyonu sonrasında kalan dentin kalınlığından etkilenebilir. Genel olarak, derin dentinde elde edilen bağ dayanımları, yüzeyel dentine göre daha düşüktür.³⁷⁻³⁹

2.3.2.1. Smear Tabakası

Smear tabakası; denatüre kolajen, hidroksiapatit partikülleri ve preparasyon sırasında oluşan diğer amorf kalıntılardan oluşan, yaklaşık 1–10 μ m kalınlığında tabakadır.⁴⁰ Smear tabakasının kalınlığı ve morfolojisi, tabakanın oluşumunda kullanılan yöntem ve dentin içerisindeki, pulpa ile olan konumuna bağlı olarak değişiklik göstermektedir.³³ Bu tabaka dentin geçirgenliğini azaltarak dış etkenlere karşı sınırlı bir koruma sağlasa da, zayıf yapışma özelliği nedeniyle dentin bağlanmasını olumsuz etkiler. Bu nedenle modern adeziv uygulamalar öncesinde genellikle asidik ajanlarla uzaklaştırılır veya yapısı modifiye edilir.¹⁶

2.3.2.2. Yüzey Düzenleyiciler (Conditioner)

Yüzey düzenleyici terimi, dentin yüzeyine uygulandıktan sonra yıkanarak uzaklaştırılan ve bağlanmayı artırma amacı taşıyan kimyasal ajanları tanımlamak için kullanılır.⁴¹ Isısal, kimyasal veya mekanik yöntemlerle dentin yüzey özellikleri modifiye edilebilir. Isısal modifikasyon için lazerler, kimyasal yöntemler için asitler ve Ca şelatörleri, mekanik modifikasyon için ise mikroabrazyon teknikleri kullanılmaktadır.⁴²

Dentin yüzeyinin asitle pürüzlendirilmesinin adeziv bağlanmayı artırabileceği fikri, ilk olarak 1979 yılında Fusayama tarafından ortaya atılmıştır.⁴³ Asit uygulama veya “dentin conditioning” işlemleri, smear tabakasının uzaklaştırılmasını ve yüzeyel dentin tabakasının kimyasal olarak modifiye edilmesini sağlayarak adeziv ajanların dentin içerisine penetre olmasına olanak tanır. Özellikle yüksek mineral içeriğine ve düşük

organik madde oranına sahip olan peritübüler dentin, asit uygulamasına karşı daha duyarlıdır ve bu nedenle aşındırma işlemi sırasında öncelikli olarak çözünür.¹⁶ Dentin yüzeyinde meydana gelen demineralizasyonun derinliği, kullanılan asidin türü ve uygulama süresi, asidin konsantrasyonu ve pH değeri gibi çeşitli faktörlere bağlıdır. Ayrıca, aşındırıcı solüsyonun içeriğinde bulunan yüzey aktif maddeler (sürfaktanlar), kıvam artırıcılar (örneğin silika veya polimerler) ve diğer modifiye edici bileşenler de bu süreci etkilemektedir.²⁰ Asit uygulaması sonucunda genişleyen tübül açıklıkları, huni benzeri bir morfoloji kazanır; ancak bu yapı, adeziv sistemler için yeterli düzeyde mekanik tutuculuk sunmamaktadır.¹⁶

2.3.2.3. Primer

Adeziv rezin uygulanmadan önce dentin yüzeyine uygulanan ve yüzeyden durulanmadan bırakılan ajanları tanımlamak için “primer” tanımı kullanılmaktadır.⁴¹

Asit uygulamasını takiben dentin yüzeyinde sıvı salınımı gözlemlenmektedir. Aşırı nem (~20 µl) yüzeyin ve yüzeye yakın bölgelerin su ile kaplanmasına neden olarak, monomerlerin suyun yerini almasını engeller ve bu da bağlanmayı olumsuz etkiler.⁴⁴⁻⁴⁶ Demineralize kolajen ağı, asitleme sonrası kurutma işlemiyle suyun uzaklaştırılması halinde büzülmeye uğrayarak çökmeye karşı hassasiyet kazanır ve bu da rezin infiltrasyonunun yetersiz olmasına neden olabilir.²⁰

Primer, hidrofobik ve hidrofilik gruplar içeren çift fonksiyonlu bir moleküldür. Hidrofilik kısmı dentinle, hidrofobik kısmı ise rezin monomerleriyle bağ kurar. Böylece kolajen ağına penetre olarak yüzey gerilimini yükseltir, dentinin ıslanabilirliğini artırır ve nemli kolajen matriksindeki suyun yerini alarak poröz yapının korunmasını sağlar.⁴⁷

2.3.2.4. Nemli Baęlanma

İdeal baęlantının saęlanmasında yüzey nemlilięi kritik bir faktördür. Mine yüzeyinde teorik olarak kuru bir ortam tercih edilirken, dentinde aıęa ıkan kolajen iskeletinin ökmesini önlemek için belirli bir miktar nemin bulunması gerekmektedir.²⁰

Nem sorununun özöllebilmesi için Kanca tarafından nemli baęlanma (wet bonding) terimi öne sürölmüştür.⁴⁸ Pamuk pelet, kağıt kon, aplikatör veya tek kullanımlık fıra kullanılarak yüzeydeki fazla su uzaklaştıırılabilir.⁴⁹ Nemli bir pamuk pelet veya uygun nemlendirici ajanlar kullanılarak aşırı kurutulmuş dentin tekrardan nemlendirilmelidir.⁴²

2.3.2.5. Adeziv Rezin

Adeziv rezin, temel olarak hidroforik monomerler [BIS-GMA (Bisfenol A Diglisidil Metakrilat) ve UDMA (Ürethan Dimetakrilat) gibi], viskozite düzenleyici olarak TEG-DMA (Trietilen Glikol Dimetakrilat) ve ıslanabilirlięi artırıcı ajan olarak görev yapan daha hidrofilik monomerlerden [örneğin HEMA (Hidroksietil Metakrilat) gibi] oluşur. Adeziv rezinin temel görevi, hibrit tabakayı stabilize etmek ve dentin tübülleri içine uzanan rezin tagları oluşturmaktır.²⁰ Baęlayıcı ajanın yüzeyi yeterli düzeyde ıslatabilmesi, uygun bir primer seęimine ve bu primerin etkili bir şekilde uygulanmasına baęlıdır. Primer uygulamasını takiben oluşan hibrit tabaka, baęlayıcı ajan ile birlikte eşzamanlı olarak polimerize olur.⁵⁰⁻⁵²

2.3.2.6. Hibrit Tabaka

Dentin demineralizasyonunun ardından düşük viskoziteli monomerlerin kolajen fibril ağı içerisindeki nanoboşluklara penetre olup fibrilleri sarmasıyla, aside direnli ve rezinle güçlendirilmiş bir yapı ortaya ıkar; bu yapı “hibrit tabakası” ve bu oluşum mekanizması ise “hibridizasyon” olarak tanımlanır.²⁰ Uygulanan dentin bölgesine, kullanılan materyale ve demineralize dentin derinlięine baęlı olarak hibrit tabaka ile rezin

uzantıları kalınlık ve morfoloji açısından farklılık gösterir.⁵³ Yapılan çalışmalarda hibrit tabakanın kalınlığından ziyade kalitesinin önemli olduğu ve hibrit tabaka kalınlığı ile dentine bağlanma değerleri arasında anlamlı bir ilişki bulunmadığı belirtilmiştir.⁵⁴⁻⁵⁶

2.3.2.7 Rezin Uzantıları (Rezin Tag)

Hibridizasyon ile eşzamanlı olarak, rezin uzantıları dentin tübüllerini tıkar ve tübül duvarlarında gerçekleşen hibridizasyon sayesinde ek bir retansiyon unsuru olan rezin tagları oluşur.⁴⁴ Rezin tag oluşumunun boyutu ve şekli; kalan dentin yapısının derinliği ve dentin yüzeyinin konumu gibi çeşitli faktörlere bağlı olarak değişiklik göstermektedir.⁵⁷ Adezivlerin dentin yüzeyine adaptasyonu ile yaklaşık 10 µm uzunluğunda rezin tagları oluşabilir ve bu durum, 22–35 megapaskal (Mpa) aralığında klinik olarak kabul edilebilir düzeyde rezin bağlanma dayanımı elde edilmesini sağlayabilir.⁴²

2.3.2.8. Nanosızıntı

Nanosızıntı, herhangi bir boşluk oluşumu olmaksızın, hibrit tabaka içerisinde küçük iyonların veya moleküllerin difüzyonunu tanımlayan bir terimdir.⁵⁸ Amonyaklı gümüş nitrat kullanıldığında, gümüş çökeltileri hem E&R hem de SE adeziv materyaller ile oluşan hibrit tabakaya nüfuz eder.⁵⁹ Amonyaklı gümüş nitratın penetrasyonu, iki farklı nanosızıntı paterni oluşturur: (1) SE adezivlerin hibrit tabakasında görülen noktasal desen, bu durum eksik rezin infiltrasyonundan kaynaklanıyor olabilir ve (2) adeziv tabakasında ortaya çıkan retiküler (ağsı) desen, muhtemelen bağlanma bölgesinden suyun tamamen uzaklaştırılamadığı alanlardan kaynaklanmaktadır.⁶⁰

2.4. Adeziv Sistemlerin Sınıflandırılması

Son yıllarda, adeziv sistemler içeriklerindeki modifikasyonlara dayanarak çeşitli şekillerde sınıflandırılmıştır. Van Meerbeek ve ark.²⁵ tarafından, adeziv sistemlerin diş dokularıyla etkileşim biçimleri ve uygulama aşamaları esas alınarak yapılan

sınıflandırma, günümüzde en yaygın kullanılan sınıflandırmalar arasında kabul edilmektedir.

2.4.1. Etch & Rinse Adeziv Sistemler

E&R adeziv sistemlerde, asitleme ve durulama işlemleri ayrı aşamalarda gerçekleştirilir. Asitleme sonrası primerin ardından adeziv rezinin ayrı ayrı uygulanması üç aşamalı, primer ve adeziv rezinin tek basamakta kombine edilmesi ise iki aşamalı E&R adeziv sistemlerini oluşturur.⁶¹

Üç ve iki aşamalı E&R adeziv sistemleri, benzer adezyon mekanizmalarına dayanmaktadır. Asit uygulama aşamasında, fosforik asit smear tabakasını uzaklaştırırken eş zamanlı olarak dentini yaklaşık 3–5 µm derinliğe kadar demineralize eder. Bu işlem sonucunda, neredeyse tamamen hidroksiapatitten arındırılmış bir kolajen fibril iskeleti ortaya çıkar. Bu iskelet, adeziv sistemin rezin monomerleri tarafından infiltre edilerek hibrit tabakanın oluşmasına zemin hazırlar.⁵⁰ Bu sistemlerin genel olarak en büyük dezavantajı teknik hassasiyetlerinin yüksek olmasıdır.³³ Özellikle asitleme ve yıkama aşamasına bağlı olarak kolajen iskeletinin çökme eğilimine sahip olması, monomerlerin kolajene düzgün şekilde nüfuz etmesini engellemektedir.⁶²⁻⁶⁴

İki aşamalı E&R adezivler son adımda hidrofobik bağlayıcı içermedikleri ve hidrofilik yapıda oldukları için, üç aşamalı sistemlere kıyasla hidrolitik degradasyona daha yatkındırlar.^{65, 66} Aktif ovalama ve adezivin birden fazla tabaka halinde uygulanması, iki aşamalı E&R sistemlerdeki hidrofobik bağlayıcı eksikliğini kısmen telafi edebilir.^{67, 68} Bu sistemler, uzun dönem klinik başarılarıyla adezyonda altın standart kabul edilmelerine rağmen nanosızıntının önlenmesinde yetersiz kalmaktadır.^{31, 69}

2.4.2. Self Etch Adeziv Sistemler

SE adezivler, asidik monomerleri sayesinde, mine ve dentine ek asitleme ya da yıkama adımı gerektirmeden penetre olabilmekte ve çözdükleri smear tabakası ile

demineralizasyon ürünlerini yüzeyden uzaklaştırmadan adeziv rezin içerisine dahil ederler.^{70, 71} Bu sayede uygulama tekniği sadeleştirilmiş olup, yıkama ve kurutma adımlarının kaldırılmasıyla dentinin aşırı kurutulması veya fazla nemlenmesine bağlı adezyonun olumsuz etkilenme riski azalır.^{72, 73}

SE adezivlerin oluşturduğu hibrit tabakanın morfolojik özellikleri, büyük ölçüde fonksiyonel monomerlerin asitlik derecesine yani agresifliğine bağlıdır.^{25, 74} SE adezivlerin primer solüsyonunun pH değeri, bu sistemlerin sınıflandırılmasında temel ölçüttür. Buna göre; ultra hafif ($\text{pH} \geq 2,5$), hafif ($\text{pH} \approx 2$), orta derecede güçlü ($\text{pH}=1-2$ arası) ve güçlü ($\text{pH} < 1$) olmak üzere dört kategoriye ayrılır.⁴ Primer solüsyonunun pH değerine ek olarak; uygulama esnasındaki çalkalama, smear tabakasının kalınlığı, adezivin viskozitesi ve yüzey ıslanabilirliği gibi parametreler de SE adezivlerin dentine penetrasyon ve demineralizasyon derinliğini belirlemede önemli rol oynamaktadır.^{75, 76}

Hafif SE adezivler, dentini 1 μm den daha az bir derinlikte kısmen demineralize ederek fonksiyonel monomerlerle etkileşime girebilecek önemli miktarda hidroksiapatit kristalini yapıda bırakır. Bu durumda adezyon mekanizması iki yönlüdür: (A) Kısmen demineralize olmuş dentin ve adezivin mikromekanik penetrasyonu ile submikrometrik boyutta bir hibrit tabaka oluşumu B) Fosfat veya karboksilat gibi fonksiyonel monomerlerin hidroksiapatitteki Ca ile kimyasal/iyonik etkileşimi. Güçlü SE adezivlerin dentin ve mine üzerindeki asitleme modeli, E&R adezivlere benzerlik gösterir. Bu durum, mine adezyonu açısından olumlu bir özellik olarak görülmesine karşın, dentin adezyonu üzerinde olumsuz etki yaratabilir. Güçlü SE adezivler, fonksiyonel monomerlerin dentine kimyasal bağlanması için gerekli olabilecek hidroksiapatiti ortadan kaldırabilir.⁷⁷

Klinik uygulama adımlarının sayısına göre SE adeziv sistemler, iki aşamalı veya tek aşamalı olarak sınıflandırılır.⁷⁸ İki aşamalı SE adezivler, hidrofilik bir primer çözeltisi ile ayrı bir hidrofobik adeziv rezinden oluşur.⁵⁰ Tek aşamalı SE adeziv sistemler ise, asit,

primer ve adeziv ajanlarını aynı anda tek bir şişede bulundurması nedeniyle “hepsi bir arada” (all-in-one) sistemler olarak adlandırılır.^{79, 80} İki aşamalı SE adezivlerden tek aşamalı SE adezivlere geçiş, hidrofobik bağlayıcı rezin tabakasının kullanılmaması nedeniyle, tek aşamalı sistemlerin in vitro bozunmaya ve klinik başarısızlığa karşı daha duyarlı olmasına yol açmaktadır.^{65, 81-86}

SE adeziv sistemlerde asitleme ve primerleme işlemleri eşzamanlı olarak gerçekleşmesine rağmen, hidrofilik rezin monomerlerinin suyu tutma eğilimleri nedeniyle rezinin dentin içerisine infiltrasyonu tam olarak sağlanamayabilir. Bu durum hibrit tabakada E&R sistemlerde gözlemlenen nanosızıntı alanlarına benzer şekilde nanosızıntı oluşumuna yol açabilir.^{14, 87}

Flor, dentin ve minenin ağız boşluğunda bulunan asitlere karşı dirençlerini artırarak antikaryojenik etki göstererebilmesi ve çürük ataklarına karşı koruyabilmesi nedeniyle dental restoratif materyallere dahil edilmiştir.^{88, 89} Yapılan çalışmalarda, flor içeren adeziv sistemlerin sekonder çürük oluşumunun inhibisyonuna katkı sağlayabileceği gösterilmektedir.^{13, 88-93} Itota ve ark.^{94, 95} yaptıkları çalışmalarda, dentine nüfuz eden florür iyonlarının dentinin mineralizasyonunu artırdığını belirtmiştir. Ayrıca florürün, dentin demineralizasyonunu engelleyerek ve hibrit tabaka bileşenlerine saldıran endojen enzimleri inhibe ederek bağlanma dayanıklılığının sürdürülmesine olanak sağladığı bildirilen çalışmalar mevcuttur.^{13, 96} Flor salabilen rezin materyallerle oluşturulan hibrit tabaka ve altındaki mineralize dentinde, birkaç haftalık suda bekletme sonrasında florür iyonlarının tespit edilebildiğini gösteren çalışmalar bildirilmiştir.⁹⁷ Bazı çalışmalarda 8 haftalık süreçte 4–30 µg/cm² florür salınımı belirtilirken,^{11, 98, 99} Dionysopoulos ve ark.¹⁰⁰ tarafından gerçekleştirilen ve flor içeren restoratif materyaller ile dental adezivlerin florür salımı ve yeniden şarj (recharge) kapasitelerinin değerlendirildiği çalışmada, test edilen adezivlerin 12 hafta sonunda 18,19–37,54 µg/cm²

aralığında florür saldıđı bildirilmiřtir. Literatürde, farklı materyaller arasındaki kantitatif farkların adezivin içeriğinde aktif bileřenin çözünürlüğü ve türü, eklenmiř olduđu faz (organik ya da inorganik), adezivin kalınlıđı, polimerizasyon derecesi, geen süre gibi birçok faktöre bađlı olabileceđi belirtilmektedir.^{101, 102}

2.4.3. Cam İyonomer Bazlı Adeziv Sistemler

Cam iyonomerler herhangi bir yüzey uygulaması gerektirmeden diř dokularına kendiliğinden bağlanabilen materyallerdir.²⁵ Cam iyonomer materyallerin bağlanma etkinliđi, diř yüzeyine polialkenoik asit düzenleyici uygulanması ile önemli derecede artmıřtır.¹⁰³ Bağlanma etkinliğindeki artış; (1) serbest debrisin uzaklařtırılmasını sađlayan bir “temizleme” etkisi, (2) yüzey alanını artırarak mikromekanik bağlanma veya hibridizasyon için mikrogözenekleri ortaya ıkaran kısmi bir “demineralizasyon” etkisi ve (3) polialkenoik asidin hidroksiapatit ile kimyasal etkileřimi faktörlerine bağlanabilir.. Düşük moleküler ađırlıklı monomerler, SE adeziv sistemlerde bağlanmayı sađlarken; cam iyonomer adeziv sistemlerde adezyon, yüksek moleküler ađırlıđa sahip polikarboksil esaslı polimerler aracılıđıyla gerekleřmektedir. Bu farklılık, söz konusu iki adeziv sistemin temel ayırt edici özelliđini oluřturur.²⁵

2.4.4. Universal Adeziv Sistemler

Universal adezivler literatürde, her türlü yüzeyde (diř dokularının yanı sıra farklı direkt veya indirekt restoratif materyaller) herhangi bir adezyon stratejisiyle tatmin edici performans gösterebilen, tek řiře olup karıřtırma gerektirmeyen adeziv sistemler olarak tanımlanmaktadır.¹⁰⁴

Bu adezivler, temel olarak farklı adezyon stratejileri altında kullanılabilen tek ařamalı SE adezivlerdir.¹⁰⁵⁻¹⁰⁷ Universal adezivlere MDP gibi asidik fonksiyonel monomerlerin eklenmesi, bu adezivleri klasik tek ařamalı SE adezivlerden ayıran temel özelliğdir.⁷⁷ MDP molekülünün hidroksiapatit ile iki farklı adezyon yoluyla etkileřime

girdiği gösterilmiştir: 1) MDP-Ca tuzlarının hidroksiapatit ile temas yüzeyinde oluşturduğu nanokatmanlı yapı aracılığıyla kalsiyuma kararlı iyonik bağlar oluşturması.¹⁰⁸⁻¹¹⁰ 2) MDP'nin, diğer asidik fonksiyonel monomerlere kıyasla daha yüksek mine asitleme potansiyeline sahip olması.¹¹¹ Bu hidrofobik nanokatmanlaşmanın, dentin ve mine ile bağlanmanın uzun dönem dayanıklılığını artırdığı düşünülmektedir.¹¹² Bazı araştırmacılar, nanokatmanlaşmanın; kullanılan 10-MDP'nin konsantrasyonu, adeziv uygulama esnasındaki çalkalanması, 10-MDP'nin saflığı ve adezivde kullanılan fonksiyonel monomerlerin yapısı gibi çeşitli faktörlerden etkilendiğini bildirmiştir.^{109, 113}

Universal adezivler dahil tüm SE adezivler, yapılarındaki hidrofilik asidik monomerlerin iyonizasyonu için gerekli olan suyu içerir.¹¹⁴ Artık suyun varlığı, bağlanma ara yüzeyinin bozunmasını hızlandırabilir.^{25, 115}

HEMA, dentinin ıslanabilirliğini geliştirmek ve bağlanma dayanımını artırmak amacıyla adezivlere sıklıkla eklenmektedir.¹¹⁶ Hidroksil grubuna sahip olup suda çözünebilen bu monomer, hidroksiapatit ile iyonik etkileşime giremez.¹¹⁷ HEMA, hidrofobik ve hidrofilik fazları homojen hâle getirerek faz ayrımını önler.¹¹⁸ Ancak, HEMA su emilimini artırarak adeziv ara yüzeyinde hidrolize neden olur ve bu durum bağlanmanın dayanıklılığını olumsuz etkiler.^{118, 119}

Universal adezivler ile düşük güvenilirliği sahip tek aşamalı SE adezivlerin paylaştıkları özellikler göz önünde bulundurulduğunda, bağlanma modu uyumsuzluğu, silan ajanlarının ilavesi ve asidik monomer-ko-monomerlerin uygun çözücülerle formülasyonu ile giderilmektedir.⁴ Bu yeni ve basitleştirilmiş adezivler ile oluşturulan bağlanma arayüzeylerinin dayanıklılığı, uzun dönemli klinik çalışmaların yetersizliği nedeniyle hâlâ tartışmalıdır.¹²⁰⁻¹²³

2.5. Yaşlandırma Yöntemleri

Adeziv-dentin arayüzlerinin dayanıklılığı ve kararlılığı, oklüzal kuvvetler, diyet alışkanlıkları ile ağız içindeki sıcaklık ve nem değişimlerinden bağımsız olarak ya da bu faktörlerin birlikte etkisiyle değişime uğrayabilmektedir.¹²⁴ Bu karmaşık ağız içi koşullar, adezin-dentin ara yüzeylerinin bozulmasına yol açan belirli faktörlerin tespit edilmesini güçleştirmektedir.¹²⁵ İn vitro yaşlandırma yöntemleri, araştırmacılara adeziv sistemlerin bağlanma dayanıklılığı üzerindeki bozulmaları inceleme ve tahmin etme olanağı sunduğundan, her tür adeziv laboratuvar çalışmasında zorunlu bir prosedür olarak benimsenmektedir.¹²⁶

2.5.1. Suda Bekletme Yöntemi ile Yaşlandırma

Adeziv birleşimlerin mekanik davranışını etkileyen en kritik faktör su ve nemdir. Ağız boşluğu gibi ortamlara maruz kalan adeziv yapıların, suya dayanıklılığı büyük önem taşımaktadır.¹²⁷ Yapay yaşlandırma yöntemleri arasında en çok tercih edileni, örneklerin uzun süre suda bekletilmesidir. Örnekler, belirli bir süre boyunca 37°C sıcaklıkta sıvı içerisinde saklanır.¹²⁸ Bu süre birkaç aydan, 4-5 yıla hatta daha uzun süreye kadar değişebilmektedir.^{124, 129, 130} Bekletme solüsyonu olarak genellikle su kullanılmasına rağmen klinik durumu daha gerçekçi şekilde taklit edebilmek için yapay tükürük solüsyonları da kullanılabilir; ancak, bu ortamda elde edilen bağlanma dayanımı kayıpları saf suyla elde edilen değerlere benzer düzeyde bulunmuştur.^{128, 131}

Bağlanma dayanımı, rezin ve dentin arasındaki etkileşimin değerlendirilmesinde kullanılan test yöntemine göre değişkenlik göstermektedir. Örneklerin, µTBS yöntemi ile dentin-kompozit çubuklarına bölündükten sonra bekletilmesi süreci hızlandırmak için bir seçenek olabilir; çünkü bağlanma alanının kesitinin küçültülmesi, suyun rezin-dentin ara yüzeyindeki açık bölgelerden difüze olma süresini kısaltmaktadır.^{132, 133}

2.5.2 Termal Siklus Yöntemi ile Yaşlandırma

Termal siklüs, ağız boşluğunda yeme, içme ve soluma gibi faaliyetler sonucu oluşan sıcaklık değişimlerini taklit ederek bağlanma dayanıklılığını değerlendirmede yaygın olarak kullanılan bir termal yorgunluk yöntemidir.¹³⁴⁻¹³⁷

Termosiklus yöntemiyle yaşlandırma iki mekanizma ile gerçekleşir: (1) sıcak suyun arayüz bileşenlerinin hidrolizini hızlandırmasıdır; bu süreç, su emilimi ile birlikte bozunma ürünlerinin veya yetersiz polimerize olmuş rezin oligomerlerinin arayüzden uzaklaştırılmasını sağlar,^{138, 139} (2) restoratif materyalin termal genleşme/büzülme katsayısının diş dokusuna göre daha yüksek olmasıdır; bu fark, diş-biyomateryal arayüzünde tekrarlayan genleşme/büzülme streslerine yol açar. Bu stresler, ara yüzey boyunca çatlakların ilerlemesine neden olabilir ve oluşan boşluklar aracılığıyla ağız sıvılarının içeri ve dışarı hareketine olanak tanır; bu olgu ‘perkolasyon’ olarak adlandırılır.¹³⁴

ISO TR 11450 standardına göre; 5°C ve 55°C arası 500 döngü örneklerin in vitro yaşlandırılması için uygun bir yöntemdir.¹⁴⁰

2.5.3. pH Siklus Yöntemi ile Yaşlandırma

1986 yılında Featherstone ve ark.¹⁴¹ klinik durumu daha yakından taklit edebilmek amacıyla in vitro pH döngüleme modeli önermiştir. Bu model, örneklerin 6 saat boyunca 37°C'de pH 4,3 değerine sahip asidik bir çözeltiye daldırılmasını (sık şeker tüketen bireyler için tahmini olarak) ve ardından 17 saat boyunca 37°C'de yapay tükürük içinde bekletilmesini içermektedir. Asit etkisine maruz bırakılan rezin bazlı restoratif materyallerin, distile su veya yapay tükürükte bekletilmeye kıyasla, daha fazla mikromorfolojik hasara uğradığı bildirilmiştir.¹⁴² SEM incelemeleri, asit etkisinin adeziv yüzeyde erozyon ve dejenerasyona, bununla birlikte materyalin genel yapısında da bozulmalara neden olduğunu ortaya koymuştur.¹⁴³

2.5.4. NaOCl Solüsyonunda Bekletme Yöntemi ile Yaşlandırma

İn vivo ortamda bozunmuş rezin-dentin bağlarının fraktografik analizleri, adeziv rezin tarafından tam olarak infiltre edilememiş kolajen fibrillerinin deproteinize olduğunu göstermiştir.^{144, 145} Deproteinize edici ajan olan sodyum hipokloritin (NaOCl) %10'luk çözeltisi, in vivo ortamda meydana gelen bu bozunmayı hızla modelleyen yöntem olarak tanımlanmıştır.¹⁴⁶

2.5.5. Mekanik Yükleme ile Yaşlandırma

Çiğneme ve yutma sırasında uygulanan yük miktarı 70-150 Newton (N) arasında değişmekte olup ağız içindeki en yaygın stres türü döngüsel basınçtır.^{147, 148} İn vitro çalışmalarda çoğunlukla, bir malzemenin özelliklerini incelemek için çekme, basma, makaslama veya eğilme dayanımı gibi monotonik testler kullanmıştır.¹⁴⁹ Ancak bu testlerde ağız içinde meydana gelen yorulma hasarı tam olarak simüle edilemediği için, klinik açıdan daha anlamlı sonuçlar elde edebilmek amacıyla yorulma testlerinin kullanılması önerilmektedir.¹⁵⁰

2.5.6. Enzim Yöntemi ile Yaşlandırma

Suyun tükürükte bulunan proteolitik enzimleri içermemesi, suda yaşlandırma yönteminde kolajen fibrillerin yıkımının tam olarak gerçekleşmemesine neden olmaktadır. Bu nedenle enzim ile yaşlandırma yönteminde, örneklerin bekletildiği solüsyona matriks metalloproteinaz (MMP), sistein proteinaz, sistein katepsin ve serin proteinaz gibi enzimler eklenerek dentin organik matriksinin yıkımı sağlanmaktadır.^{151,}

152

2.6. Bağlanma Dayanımı Testleri

Adeziv sistemler günümüzde klinik diş hekimliğinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu sistemlerin etkinliğini değerlendirmede en güvenilir yöntem klinik çalışmalardır; ancak uzun dönemli klinik veriler elde edildiğinde, ilgili ürün genellikle

piyasadan kaldırılmış ya da yenilenmiş olmaktadır. Bu durum, klinisyenlerin ürünlerin etkinliğini değerlendirmesini güçleştirdiğinden, adeziv sistemlerin karşılaştırılmasında genellikle bağlanma dayanımı testleri kullanılmaktadır.¹⁵³

Çeşitli yöntemler kullanılarak ara yüzeylerin bağlanma dayanım kuvveti test edilebilir. Bu yöntemler, bağlanma yüzey alanı boyutuna göre makro (4-28 mm²) veya mikro (yaklaşık 1 mm²) şeklinde sınıflandırılmaktadır.¹⁵⁴ Ara yüzey, gerilme (tensile) veya kesme (shear) yüklemesine maruz bırakılabilir.¹⁶

2.6.1. Makromakaslama Bağlanma Dayanım Testi

Makaslama testi, bıçak sırtı aparat kullanılarak diş ve adeziv arasındaki bağın kopmasını sağlayacak şekilde yük uygulaması esasına dayanır.^{155, 156} Makaslama ifadesi bu testlerde uygulanan yükleme türünü ifade eder, ayrılmaya neden olan ise gerilme kuvvetleridir. Yükleme cihazının konumu ve yapısı, bağlanmış ara yüzeydeki gerilim dağılımını etkileyerek bağlanma dayanımını değiştirir.¹⁶ Yük, uygulandığı konumdan 1 mm uzaklaştıkça bağlantı ara yüzeydeki gerilme streslerindeki artış daha belirgin hâle gelir.^{157, 158}

Dentin için belirlenen bağlanma dayanımı, genel olarak 10–50 MPa civarında bulunmuştur. Koheziv ve karışık (mixed) kırılmalar oldukça sık görülmekte olup, örneklerin %55'ine kadarını etkileyebilmektedir.¹⁶

2.6.2. Makro-Tensile Bağlanma Dayanım Testi

Gerilim testlerinde yük dağılımı, makaslama testlerine kıyasla daha eşit bir şekilde gerçekleşmektedir.¹⁵⁹ Makro gerilim bağlanma dayanımı testlerinde, bağlanmış ara yüzeyin yükleme eksenine dik yerleştirilmesi kritik öneme sahiptir; aksi hâlde eğilme gerilmeleri meydana gelir. Bu nedenle, gerilme testlerinde numune hazırlığı, makaslama testlerine göre daha karmaşıktır. Söz konusu testlerde dentin bağlanma dayanımı yaklaşık

10 MPa olarak saptanmış ve örneklerin %35'inde koheziv veya karışık (mixed) başarısızlıklar gözlenmiştir.¹⁶

2.6.3. Mikro-Tensile Bağlanma Dayanım Testi

µTBS, 1994 yılında Sano ve ark.¹⁶⁰ tarafından geliştirilmiştir. Test edilen bağlanma alanı, makro testlere kıyasla çok daha küçük olup yaklaşık 1 mm² veya daha azdır. Makro testlere göre, daha ekonomik diş kullanımı (tek bir diştten birden fazla mikro numune elde edilebilmesi), bölgesel farklılıkların daha iyi kontrol edilebilmesi (periferal-merkezi dentin farkı), adeziv arayüzünde stresin daha iyi dağılması gibi avantajları bulunmaktadır.^{154, 160} Adeziv uygulamasının ardından, mikro örneklerin hazırlanması veya ilave örnek işleme adımları gereklidir; bu da testi daha zahmetli ve tekniğe duyarlı hale getirmektedir.¹⁶¹ Mevcut uygulamalarda, hem avantajları hem de sınırlılıkları göz önünde bulundurularak, aşındırılmış (trimmed) veya aşındırılmamış (non-trimmed) mikro örnekler hazırlanabilmektedir.^{162, 163}

µTBS sonuçları; saklama süresi, mikro örneklerin kesit şekli, kalan dentin kalınlığı ve cihaz tasarımı gibi çeşitli test parametrelerine bağlı olarak değişiklik göstermektedir.^{164, 165}

2.6.4. Mikromakaslama Bağlanma Dayanım Testi

Mikro makaslama testi, 2002 yılında araştırmacıların kullanımına sunulmuştur.¹⁶⁶ Yüzeyler üzerinde 0,5 mm yüksekliğinde ve 0,7 mm çapındaki silikon tüpler kullanılarak genellikle 6 adete kadar kompozit silindir örnek hazırlanabilir. Uygulama protokolü, makro makaslama testlerine benzer şekilde uygulanır.¹⁶ Bu testte, bıçak sırtı kesici veya ortodontik tel halkası, adeziv ara yüzeyine yakın konumlandırılarak bağlanma alanının kenarında makaslama (paralel) gerilme oluşturur.^{167, 168}

Bağlanma dayanımı değerleri yaklaşık 20 MPa olup, karışık ve koheziv kırılma oranı %50'dir.¹⁶

2.6.5. Push-Out (İtme) Testi

Bağlanma kuvvetini belirlemek amacıyla kullanılan yöntemlerden biridir. Yuvarlak dilim şeklinde hazırlanan dentin üzerine, test edilecek materyal için uygun boyutta bir delik açılır; bu deliğe adeziv sistemle birlikte materyal yerleştirilir. Çapı materyalin çapının %85'inden küçük olan sivri bir uç ile materyale kuvvet uygulanır ve ayrılmanın gerçekleştiği kuvvet ölçülür.¹⁶⁹ Adeziv sistem aracılığıyla dentine bağlanmayı esas alması, bu yöntemi makaslama ve gerilme testlerine göre klinik şartlara daha yakın hale getirmektedir.^{170, 171}

2.7. Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)

Biyolojik ve biyomedikal örneklerde yer alan organik ve inorganik bileşenlerin çoğu dipol moment taşıdığı için kızılötesi (IR) ışınımına karşı aktif özellik gösterir. Bu sebeple, FTIR spektroskopisi bu tür materyallerin kimyasal bileşiminin analizinde sıkça başvurulmuş güvenilir bir titreşim spektroskopisi yöntemidir.^{172, 173} IR radyasyonunun Emilimi ile alakalı olan bu teknikte; düşük enerjili bir durumdan daha yüksek enerjili duruma geçen fotondan enerji Emilimi gerçekleşmektedir.¹⁷⁴ Yüksek enerjili duruma geçiş esnasında, ışık spektrumunun IR bölgesinde moleküler bağların titreşimi meydana gelmektedir.¹⁷² Böylece her IR absorbans pikinin dalga boyuna karşılık gelen numara belirli bir fonksiyonel grubun (C-H, O-H, C=O vb.) tespit edilmesini sağlamaktadır.¹⁷⁵

FTIR spektroskopisi, bir kızılötesi ışık kaynağı, interferometre, numune bölmesi, dedektör ve bilgisayar arayüzünden oluşan bir sistem aracılığıyla çalışır. Kaynaktan yayılan kızılötesi ışın, enerji yoğunluğunu kontrol eden bir açıklıktan geçerek numuneyle etkileşir ve dedektöre ulaşır. Ardından interferometrede modülasyona uğrayarak, numunenin absorpsiyon özelliklerini yansıtan bir interferogram oluşturur. Bu interferogram sayısallaştırılarak Fourier dönüşümüne tabi tutulur ve nihai spektrum elde edilir. Elde edilen spektrum, araştırmacı tarafından analiz edilir.¹⁷⁶

2.8. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

SEM tekniđi, elektron mikroskobisi grubundan olup transmisyon elektron mikroskobunun (TEM) geliştirilmesi ile üretilmiştir.¹⁷⁷ Geleneksel optik mikroskobiden farklı olarak SEM, örneđi aydınlatmak için görünür ışık yerine bir elektron demeti kullanır. Elektron demeti örnek yüzeyini tarayarak çeşitli sinyaller üretir; bu sinyallerin özellikleri, elektron demetinin enerjisi ve örneğin yapısı gibi birçok faktöre bađlıdır. Elektronların dalga boyu, görünür ışığa kıyasla yaklaşık 10^5 kat daha kısa olduğundan SEM çok daha yüksek çözünürlükte görüntüler elde etmeye olanak tanır. SEM ile 10^7 kat büyütme sağlanabilirken, ışık mikroskoplarında bu deđer en fazla 2000 kat ile sınırlı kalır.¹⁷⁸

Diş dokuları iletken olmayan örnekler olduğundan, SEM’de elektrostatik yüklenme olmadan gözlemlenebilmeleri için özel bir hazırlık sürecinden geçmeleri gerekir. Numune elektron ışınına maruz kaldığında, görüntüde artefakt oluşumunu önlemek için, numune yüzeyinin iletken bir malzeme filmiyle kaplanması gerekir.¹⁷⁹ Bu son derece ince kaplama tabakası genellikle altın ile yapılır, ancak araştırmalarda palladyum, platin, iridyum veya osmiyum gibi diđer deđerli metaller de kullanılmaktadır.¹⁸⁰

SEM’in başlıca dezavantajı, örnek hazırlama sürecinin tahrip edici olmasıdır; ayrıca vakum koşulları nedeniyle organik örneklerin fıkse edilmesi ve dehidrate edilmesi gerekir.¹⁷⁷ Bunun yanında, geleneksel SEM ile elde edilen görüntüler yalnızca iki boyutlu olduğundan, nesnelerin derinliğini deđerlendirmek güçtür.^{181, 182}

3. GEREÇ VE YÖNTEM

Bu çalışma Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi Tıp Fakültesi Girişimsel Olmayan Klinik Araştırmalar Etik Kurulu tarafından 16.01.2025 tarih 2025/20 sayılı karar ile bilimsel ve etik açıdan uygun bulundu (EK-2).

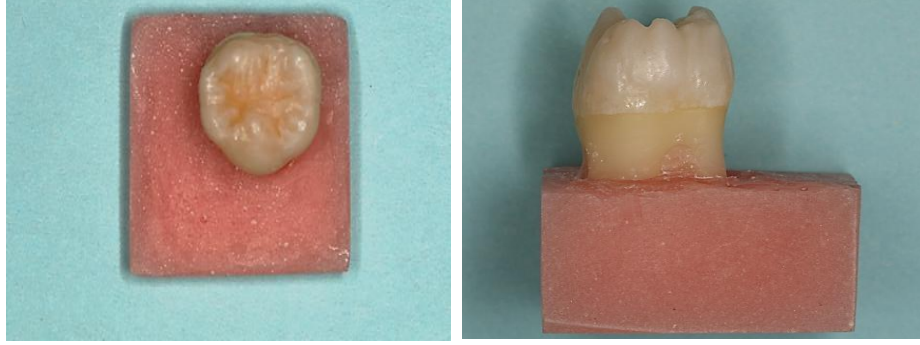
Çalışmanın deney aşamaları Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Restoratif Diş Tedavisi Anabilim Dalı ve Araştırma Laboratuvarında, SEM ile görüntüleme aşamaları Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarında gerçekleştirildi.

3.1. Dişlerin Hazırlanması

Çalışmaya herhangi bir restorasyonu bulunmayan, aşınması, defekti ya da çatlağı olmayan en fazla 6 ay önce çekilmiş çürüksüz daimi molar dişler dahil edildi. Dişlerin yüzeyindeki eklemler periodontal küret kullanılarak uzaklaştırıldı. Dişler, test uygulanıncaya kadar distile su içinde bekletildi ve distile su her hafta yenilendi. Toplanan dişler oda sıcaklığında % 0,1 timol solüsyonunda 1 haftayı geçmeyecek şekilde bekletilerek dezenfekte edildi.^{153, 183}

µTBS testi için 60 adet diş, mine sement sınırının 1-2 mm altına kadar uzunluğu 2 cm, genişliği 2 cm, yüksekliği 1 cm olan silikon kalıp kullanılarak akrilik rezin (Imicryl, SD, Konya, Türkiye) içerisine gömüldü (Şekil 3.1). Akrilik rezin içine gömülen dişlerin okluzal yüzeyi, Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi, Diş hekimliği Fakültesi, Araştırma Laboratuvarında bulunan hassas kesim cihazıyla (Micracut 152, Metkon A.Ş., Bursa) (Şekil 3.2) dentin açığa çıkacak şekilde kesildi (Şekil 3.3). Açığa çıkan dentin yüzeyleri

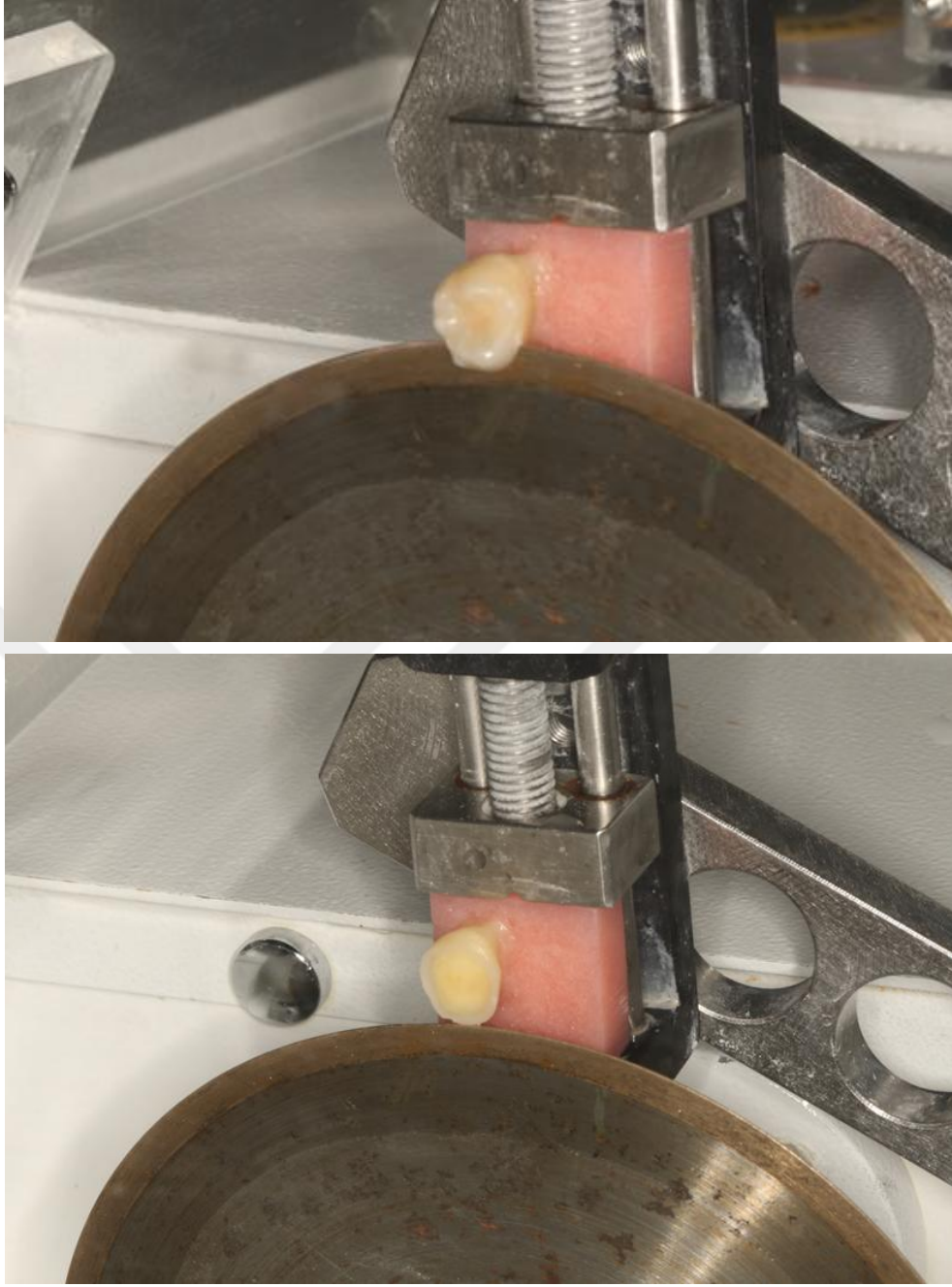
standart bir smear tabakası elde etmek için 600 gritli silikon karbit zımpara kağıdı ile su altında 30 saniye zımparalandı.¹⁸⁴⁻¹⁸⁶



Şekil 3. 1. Dişlerin akriliğe gömülmesi



Şekil 3. 2. “Micracut 152” hassas kesim cihazı



Şekil 3. 3. Dişin hassas kesim cihazında okluzalden kesilmesi

3.2. Çalışmada Kullanılan Materyaller

Çalışmamızda kullanılan adeziv sistemler:

1. Clearfil Universal Bond Quick (Kuraray Medical Inc., Okayama, Japan)
2. Clearfil S3 Bond Universal (Kuraray Medical Inc., Okayama, Japan)
3. Zipbond Universal (SDI Ltd. St Bayswater, Victoria, Australia)

Kullanılan materyaller resim 3.4, 3.5. ve 3.6'da, kimyasal içerikleri, üretici firmaları, lot numaraları ile kullanım şekilleri ise Tablo 3.1. de gösterilmiştir.



Şekil 3. 4. K-Etchant Syringe fosforik asit



Şekil 3. 5. Çalışmamızda kullanılan adeziv sistemler

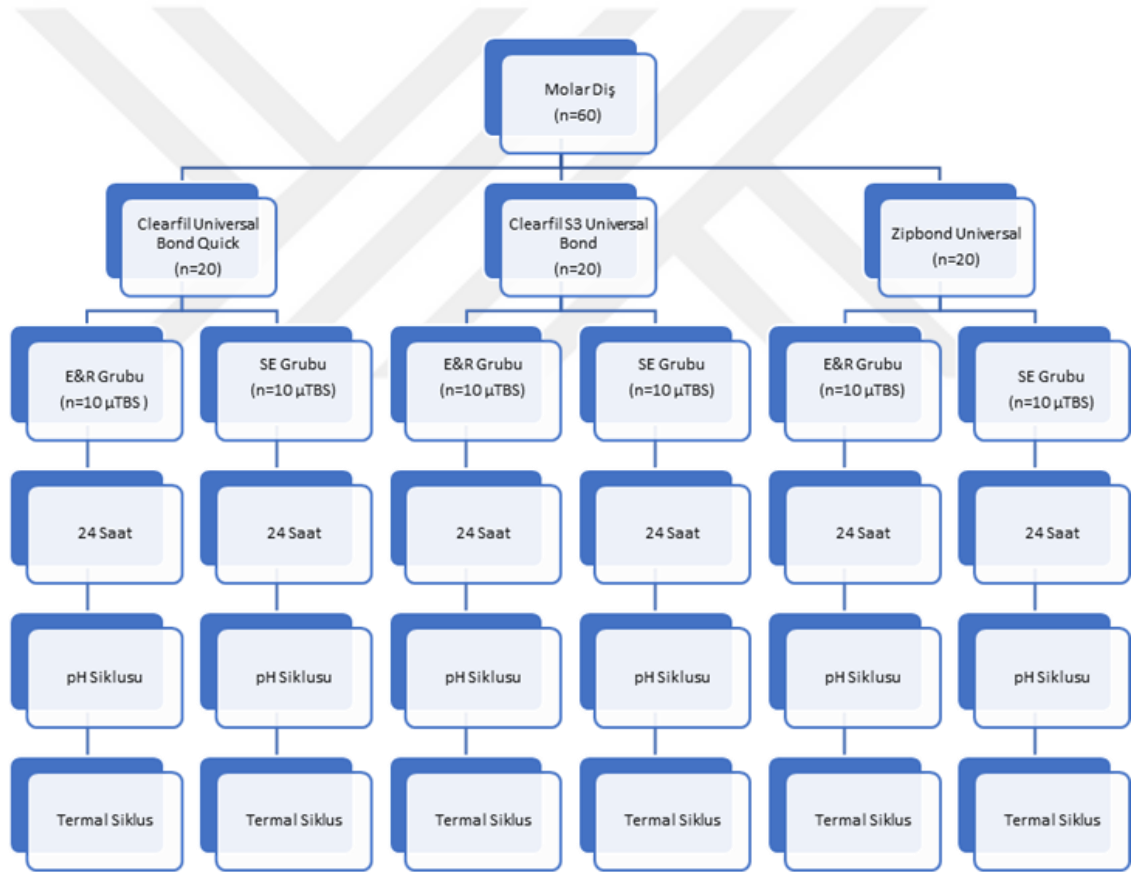


Şekil 3. 6. 3M ESPE Z250 kompozit rezin

3.3. Çalışma Gruplarının Oluşturulması

Hazırlanan 60 adet örnek, kullanılacak adeziv sisteme göre rastgele üç gruba ayrıldı (n=20). Her adeziv grubu uygulama moduna göre (SE ve E&R) kendi içinde iki alt gruba bölündü (n=10). E&R gruplarındaki örnekler fosforik asit uygulandı.

μ TBS testi için, tüm gruplardaki restore edilmiş dişlerden dentin çubukları elde edildi. Aynı dişten elde edilen dentin çubukları, yaşlandırma gruplarında eşit sayıda olacak şekilde üç gruba bölündü (24 saat, 10000 Termal Siklus, pH Siklus). Çalışma tasarımı Şekil 3.7’de gösterilmiştir.



Şekil 3. 7. Çalışma Şeması

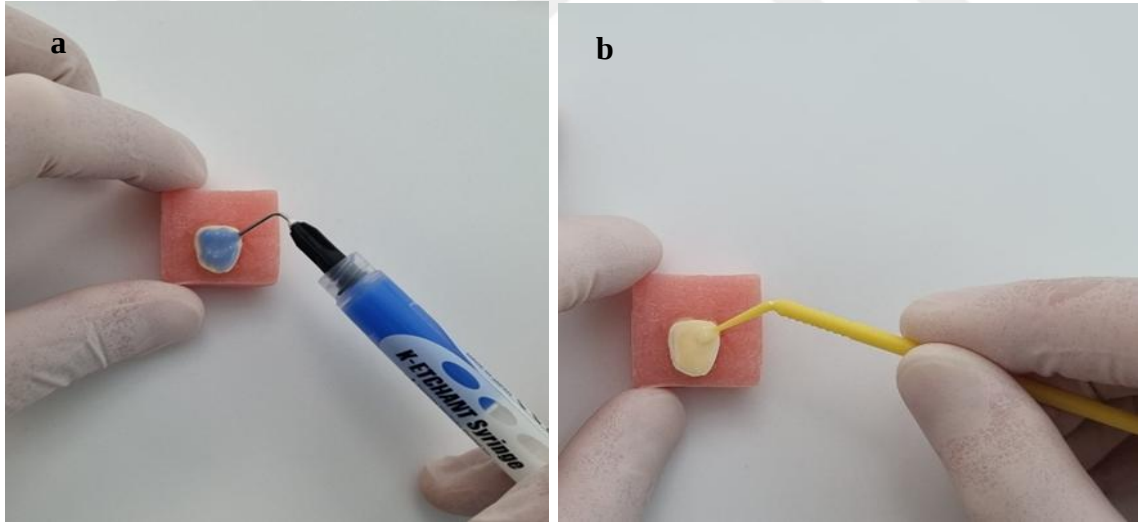
3.4. Adeziv Prosedür

3.4.1. Asit Uygulanması

%35'lik ortofosforik asit (K-Etchant Syringe, Kuraray Noritake Dental, Tokyo, Japan) (Şekil 3.4) adeziv sistemlerin E&R modunun kullanılacağı gruplardaki örneklere üretici talimatlarına göre uygulandı (Tablo 3.1) (Şekil 3.8a).

3.4.2. Adeziv Uygulanması ve Restorasyon

Her bir adeziv ajan; Clearfil Universal Bond Quick (CUQ) (Kuraray Noritake Dental, Tokyo, Japan), Clearfil Bond Universal (CBU) (Kuraray Noritake Dental, Tokyo, Japan), Zipbond Universal (ZBU) (SDI Ltd. St Bayswater, Victoria, Australia) (Şekil 3.5) dentin yüzeyine üretici talimatlarına göre uygulandı (Şekil 3.8b) (Tablo 3.1). Dalga boyu 1000 mW/cm² olan LED ışık cihazıyla (VALO Cordless, Ultradent, South Jordan, Utah, ABD) (Şekil 3.9) 10 sn polimerize edildi.

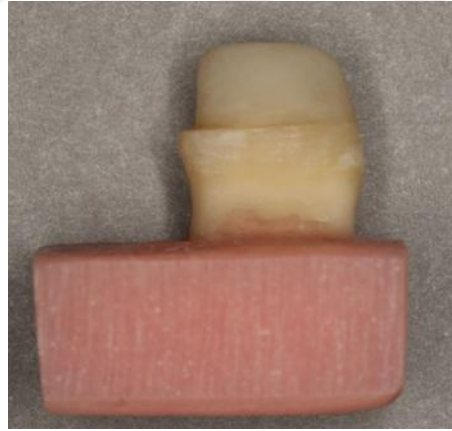


Şekil 3. 8. a. E&R grubundaki dişlere asit uygulanması **b.** Adeziv ajanların uygulanması



Şekil 3.9. Valo Cordless LED ışık cihazı

Adezyon prosedürünü takiben örnekler, kompozit rezin (3M ESPE Filtek Z250 A2, St. Paul, ABD) (Şekil 3.6) 2 mm kalınlığında tabakalar halinde yerleştirildi. Her bir tabaka dalga boyu 1000 mW/cm² olan LED ışık kaynağı ile 20 sn polimerize edilerek restore edildi (Şekil 3.10). Restore edilen örnekler 24 saat boyunca 37 °C’de distile su içinde bekletildi.



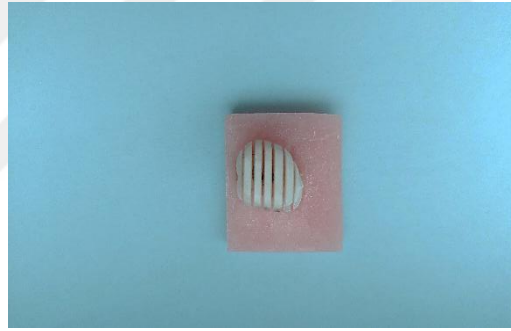
Şekil 3. 10. Restore edilmiş örnek

Tablo 3. 1. Çalışmada Kullanılan Materyallerin İçerikleri ve Uygulama Yöntemleri

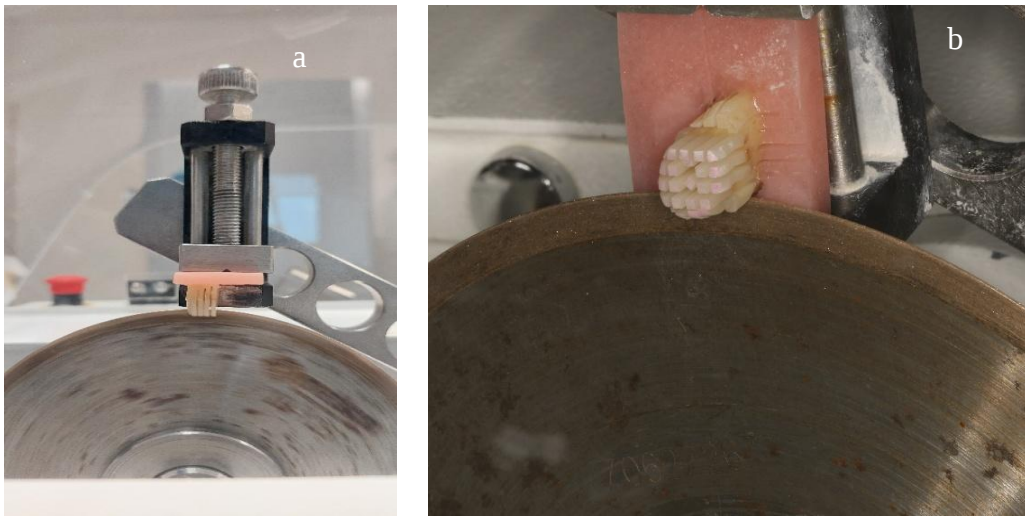
Materyal	Üretici (Lot Numarası)	Kimyasal İçerik	Uygulama Yöntemi
K-Etchant Syringe (Ph=1,7-2,1)	Kuraray Noritake Dental, Tokyo, Japan (5T0215)	Fosforik asit, su, koloidal silika, pigment	1. Dentin yüzeyine 10 sn uygulandı. 2. 30 sn su ile durulandı. 3. Hafifçe kurulandı.
Clearfil S³ Bond Universal (pH=2,3)	Kuraray Noritake Dental, Tokyo, Japan (690062)	MDP, Bis-GMA, HEMA, etanol, su, initiators, doldurucu, silan, hidrofilik alifatik dimetakrilat, koloidal silica	1.Tüm dentin yüzeyine aplikatör ile 10 sn ovalayarak uygulandı. 2. Hafif hava uygulayarak 5 sn'yi geçecek şekilde kurutuldu. 3.Standart bir ışık cihazı ile 10 sn boyunca polimerize edildi.
Clearfil Universal Bond Quick (pH=2,3)	Kuraray Noritake Dental, Tokyo, Japan (AS0431)	MDP, Bis-GMA, HEMA, accelerators, su, sodyum florür, hidrofilik amid monomer, koloidal silika, kamforokinon, initiators, etanol	1.Tüm dentin yüzeyine aplikatör ile uygulandı. 2. Hafif hava uygulayarak 5 sn'yi geçecek şekilde kurutuldu. 3. Standart bir ışık cihazı ile 10 sn boyunca polimerize edildi.
Zipbond Universal (pH=3)	SDI Ltd. St Bayswater, Victoria, Australia (1233262)	UDMA, MDP, alifatik dimetakrilat, hidrofilik alifatik monometakrilat, asidik monometakrilat, koloidal silika, bütanon, etanol, su, sodyum florür, initiators, stabilizers	1.Tüm dentin yüzeyine aplikatör ile 10 sn ovalayarak uygulandı. 10 sn dentin yüzeyinde bekletildi. 2.Hafif hava uygulayarak 5 sn'yi geçecek şekilde kurutuldu. 3. Standart bir ışık cihazı ile 10 sn boyunca polimerize edildi.
Filtek Z250 A2	3M, St. Paul, ABD (10961261)	Bis-GMA, TEGDMA, PEGDMA, UDMA, Bis- EMA, zirkonyum, silika doldurucu	1. İki mm'lik tabakalar halinde uygulandı. 2. Her tabaka 20 sn ışıkla polimerize edildi.

3.5.µTBS Testi

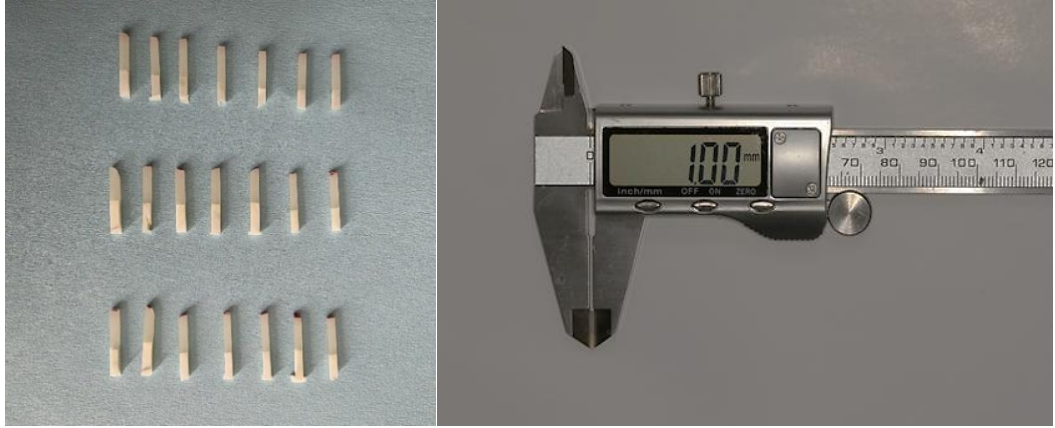
Örnekler hassas kesim cihazına dişin uzun aksına paralel olacak şekilde yerleştirildi. 0.4 mm kalınlığında elmas disk kullanılarak dişin uzun aksına paralel ve bukkolingual yönde yaklaşık 1 mm genişlikte seri kesitler alındı (Şekil 3.11). Ardından bloklar 90° çevrilerek meziodistal yönde yaklaşık 1 mm genişlikte seri kesim tekrarlandı (Şekil 3.12a). Dişler servikal aksı boyunca uzun akslarına dik olacak şekilde kesilerek dentin çubukları bloklardan ayrıldı (Şekil 3.12b). Böylece her bir dişten yaklaşık 1 mm² kalınlığında dentin çubukları elde edildi (Şekil 3.13).¹⁸⁷⁻¹⁹⁰ Her adeziv grubunda aynı dişten elde edilen dentin çubukları, üç farklı yaşlandırma grubunda eşit sayıda olacak şekilde rastgele dağıtıldı (24 saat, 10000 Termal siklus, pH Siklus).



Şekil 3. 11. Dişin uzun aksına paralel bukkolingual yönde yapılan seri kesimler



Şekil 3. 12. a. Dişin uzun aksına paralel meziodistal yönde yapılan seri kesim **b.** Dişin uzun aksına dik olarak yapılan kesim



Şekil 3. 13. Bir diştten elde edilen dentin çubukları

3.6. Termal Siklus ile Yaşlandırma Yapılması

Elde edilen dentin çubukları Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi, Araştırma Laboratuvarında bulunan programlanabilir mantıksal denetleyici (PLC) kontrollü termal siklus test cihazına (Gökçeler Makine, Sivas, Türkiye) (Şekil 3.14) yerleştirildi. Cihazın banyo sıcaklıkları 5°C ve 55°C, banyolardaki bekleme süresi 30 sn, banyolar arası geçiş süresi 5 sn olarak ayarlandı.^{191, 192} Bu döngü 10000 kez tekrarlandı ve bu sayede 1 yıllık yaşlandırma elde edilmiş oldu.¹³⁴



Şekil 3. 14. Termal siklus cihazı

3.7. pH Siklus ile Yaşlandırma Yapılması

Çalışmada kullanılan demineralizasyon ve remineralizasyon solüsyonu Stookey ve ark.¹⁹³ tarafından önerilen formüle göre hazırlandı (Şekil 3.15). Dentin çubukları alternatif pH siklus yöntemiyle 14 gün boyunca oda sıcaklığındaki demineralizasyon solüsyonunda (2 mM kalsiyum $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 2 mM fosfat KH_2PO_4 , 75 mM asetik asit CH_3COOH ile pH 4,3'e ayarlandı) 6 saat, remineralizasyon solüsyonunda (1,5 mM kalsiyum $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 0,9 mM fosfat KH_2PO_4 , 130 mM KCl ile pH 7,0'ye ayarlandı) 18 saat olacak şekilde bekletildi.^{194, 195} Dentin çubukları solüsyonlar arasında distile su ile durulandı ve solüsyonlar günlük olarak yenilendi.



Şekil 3. 15. A. Demineralizasyon solüsyonu B. Remineralizasyon solüsyonu

Yaşlandırma sürelerinin sonunda dentin çubukları siyanoakrilat rezin yapıştırıcısı (Akfix 705 Universal Fast Adhesive, İstanbul, Türkiye) ile Mikro Gerilimli Test Cihazı'nın (Bisco A.Ş., Schaumburg, IL, ABD) (Şekil 3.15) mengeneleri arasındaki boşluğa sabitlendi (Şekil 3.16). Dentin çubukları 1 mm/dakika hızda kırılmaya kadar gerilme stresine maruz bırakıldı ve kırılma değerleri N olarak kaydedildi. Her bir örneğin

μ TBS değeri uygulanan kuvvetin (N) bağlanma alanına (mm²) bölünmesiyle Mpa'ya çevrildi.



Şekil 3. 16. Mikro Gerilimli Test Cihazı



Şekil 3. 17. Mengeneye yapıştırılmış dentin çubuğu

3.8. Kırılma Tiplerinin Değerlendirilmesi

μ TBS testinden sonra kırılma yüzeyleri stereomikroskopla (Stemi 305, Carl Zeiss Microscopy GmnH, Göttingen, Almanya) (Şekil 3.19) x40 büyütmede incelendi ve başarısızlık tipleri belirlendi.

- a) Adeziv başarısızlık: Adezyon yüzeyinden kopma
- b) Koheziv başarısızlık: Dentin veya kompozitin kendi içinde oluşan kopma
- c) Karışık başarısızlık: Hem adezyon yüzeyi hem de materyalde oluşan kopma

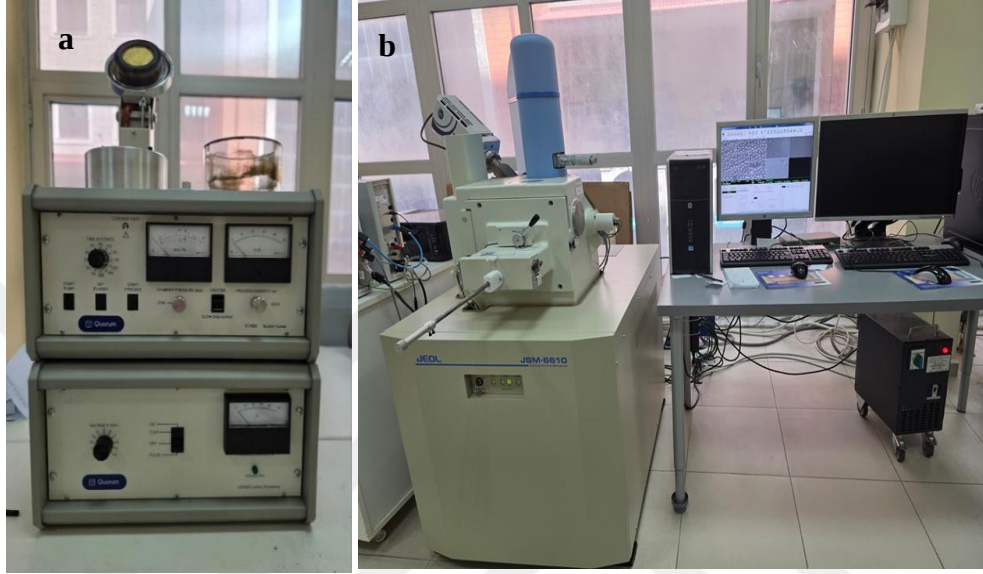


Şekil 3. 18. “Stemi 305” stereomikroskop

3.9. SEM Analizi

Adeziv tabakalarını SEM kullanılarak incelemek için 3 adet diş örneği, okluzal yüzeyi, Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi, Diş hekimliği Fakültesi, Araştırma Laboratuvarında bulunan hassas kesim cihazıyla (Micracut 152, Metkon A.Ş., Bursa) (Şekil 3.2) dentin açığa çıkacak şekilde kesildi (Şekil 3.3). Örneklerin kronları, dişin uzun aksına paralel olacak şekilde iki eşit parçaya ayrılarak bölünmüş diş (split-tooth) tasarımı kullanıldı. Açığa çıkan dentin yüzeyleri, standart bir smear tabakası elde etmek için 600 gritli silikon karbit zımpara kağıdı ile su altında 30 sn zımparalandı.¹⁸⁴⁻¹⁸⁶ Örnekler, metal bir bant ile birbirinden ayrıldı ve her bir adeziv materyal üretici talimatlarına göre dişin bir yarısına E&R, diğer yarısına ise SE modu olacak şekilde uygulandı (Tablo 3.1). Adezyon prosedürünü takiben örnekler, kompozit rezin (3M ESPE Filtek Z250 A2, St. Paul, ABD) (Şekil 3.6) her bir tabaka 2 mm kalınlığında olacak şekilde yerleştirildi. Her bir tabaka dalga boyu 1000 mW/cm² olan LED ışık kaynağı ile 20 sn polimerize edilerek restore edildi. Restore edilen örnekler 24 saat boyunca 37 °C’de distile su içinde bekletildi.

Örnekler, dış yapısını çözmek için 6 N Hidroklorik asit (HCl) solüsyonu içerisinde 24 saat bekletildi. Distile su ile yıkanan örnekler 10 dakika %5 NAOCl solüsyonu uygulandı.¹⁹⁶ Kurutulan örnekler 15 kV'de SEM (JSM-6610, Jeol, ABD) kullanılarak görüntüler alındı.



Şekil 3. 19. a. Altın kaplama cihazı b. SEM cihazı

3.10. Universal Adezivlerin Dönüşüm Derecelerinin Değerlendirilmesi

Adeziv ajanların dönüşüm derecesini (DC) hesaplayabilmek için ATR-FTIR (Zayıflatılmış Toplam Yansıma – Fourier Dönüşümlü Kızıl Ötesi Spektrometresi) analiz yöntemi kullanıldı. ATR-FTIR analizi, Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi dahilinde gerçekleştirildi. Analizler, $4000-600\text{ cm}^{-1}$ dalga sayısı aralığında çalışan Perkin Elmer Spectrum Two (Waltham, MA, USA) cihazı kullanılarak gerçekleştirildi.

Çalışmada kullanılan adeziv rezinler, elmas kristal yüzeyi tamamen kaplayacak şekilde bir aplikatör yardımıyla uygulandı. Adeziv rezin içerisindeki çözücülerin uzaklaştırılması amacıyla kontrollü hava akışı, bir puar yardımıyla 5 sn süreyle gerçekleştirildi. Polimerizasyon öncesine ait ilk absorpsiyon spektrumu, FTIR cihazının ATR modunda kaydedildi. Spektrum alımının ardından, oksijenin polimerizasyonu

engellemesini önlemek amacıyla adeziv tabakası üzerine şeffaf mylar bant yerleştirildi. 1000 mW/cm² dalga boyu aralığında çalışan LED ışık kaynağının (VALO Cordless, Ultradent, South Jordan, Utah, USA) aktif ucu, elmas yüzeyin merkezine hizalanacak şekilde mümkün olan en yakın mesafeye konumlandırılarak 10 sn süreyle polimerize edildi. Polimerizasyon işlemi tamamlandıktan sonra şeffaf bant kaldırıldı ve adezivin absorpsiyon spektrumu ölçüldü.

Elde edilen spektral veriler, Spectrum 10 yazılımı ile analiz edilip, OriginPro programı kullanılarak grafiksel formatlara dönüştürüldü. Dönüşüm dereceleri, polimerizasyon öncesi ve sonrası spektrumlarında tespit edilen alifatik karbon-karbon çift bağ (pik ~1638 cm⁻¹) ile aromatik karbon-karbon çift bağ (pik ~1607 cm⁻¹) yoğunluk oranları kullanılarak aşağıdaki formül doğrultusunda hesaplandı (Şekil 3.24). Analiz prosedürü, her çalışma grubu için ayrı ayrı beşer kez tekrarlandı ve elde edilen dönüşüm derecelerinin ortalama değerleri kaydedildi.

$$DC (\%): (1 - (R_{\text{polimerize}}) / (R_{\text{polimerize olmayan}}) \times 100;$$

$$R_{\text{polimerize}} = \text{Polimerize alifatik C=C} / \text{Polimerize aromatik C=C}$$

$$R_{\text{polimerize olmayan}} = \text{Polimerize olmamış alifatik C=C} / \text{Polimerize olmamış aromatik C=C}$$

Şekil 3. 20. DC formülü



Şekil 3. 21. FTIR Cihazı

3.11. İstatistiksel Analiz

Dentine bağlanmanın μ TBS testi ile incelendiği çalışmalarda genellikle her grup için 8-10 adet diş kullanılmıştır.¹⁹⁷⁻¹⁹⁹ Benzer şekilde çalışmamızda her grupta 10 adet diş kullanıldı. Örneklem büyüklüğü G*Power yazılımında (3.1.; Heinrich Heine University, Germany) F testleri kullanılarak kontrol edildi ve örneklem büyüklüğünün çalışma için yeterli olduğu belirlendi (güç $(1-\beta) = 0,94$, etki büyüklüğü $= 0,40$). Premature başarısızlıklar istatistiksel hesaplamalarda sıfır olarak kaydedildi.^{195, 200, 201}

Çalışma gruplarının μ TBS ve DC değerlerinin istatistiksel analizi IBM SPSS (Version 23.0., IBM Corp., Armonk, NY, ABD) yazılım programında yapıldı. Çalışmadan elde edilen verilerin normal dağılımı ve homojenliği sırasıyla Kolmogorov-Smirnov ve Levene testi kullanılarak belirlendi. μ TBS grupları üç yönlü ve DC grupları ise tek yönlü varyans analizi (ANOVA) ile karşılaştırıldı. Varyans analizi sonucunda, farklı grup ortalamalarının karşılaştırılmasında μ TBS için Tukey HSD testi kullanılırken DC için Bonferroni testi kullanıldı ($p < 0,05$).

4. BULGULAR

4.1. μ TBS Bulguları

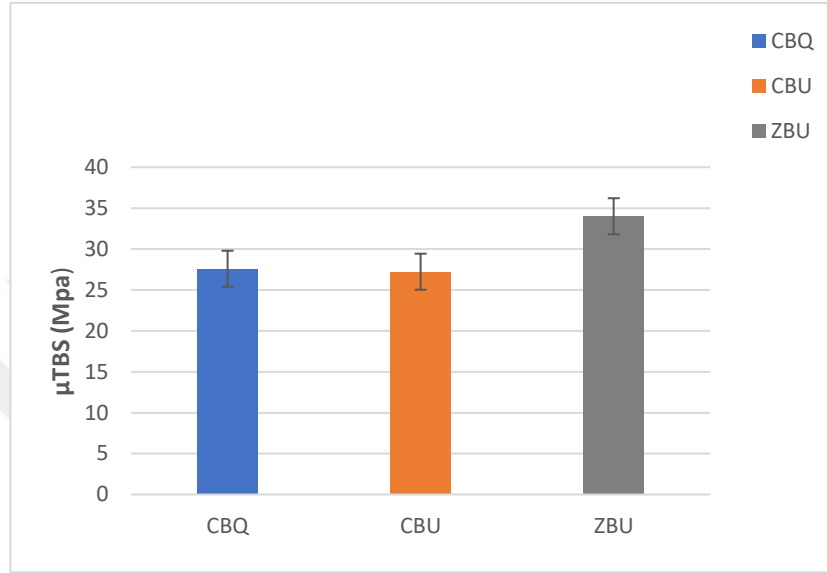
Üç yönlü ANOVA analizinin sonuçları Tablo 4.1’de gösterilmiştir. Adeziv ajan ($p = 0,001$), aplikasyon modu ($p = 0,007$) değişkenleri bağlanma gücünü önemli derecede etkiledi. Fakat yaşlandırma işlemi bağlanma gücünü istatistiksel olarak etkilemedi ($p=0,280$) (Tablo 4.1). Ayrıca, faktörler arasındaki etkileşimler önemsiz bulundu ($p>0,05$) (Tablo 4.1).

Tablo 4. 1. Üç yönlü varyans analizinin sonuçları

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	p(Sig.)
Corrected Model	3889,376 ^a	17	228,787	2,043	,012
Intercept	157865,127	1	157865,127	1409,506	,000
adeziv	1747,986	2	873,993	7,803	,001
mode	824,842	1	824,842	7,365	,007
yaşlandırma	287,408	2	143,704	1,283	,280
adeziv * mode	39,999	2	20,000	,179	,837
adeziv * yaşlandırma	553,166	4	138,292	1,235	,298
mode * yaşlandırma	264,189	2	132,095	1,179	,310
adeziv * mode * yaşlandırma	171,785	4	42,946	,383	,820
Error	18144,048	162	112,000		
Total	179898,550	180			
Corrected Total	22033,424	179			

Grupların ortalama μ TBS ve standart sapma ($\pm$ SS) değerleri Tablo 4.2’de verilmiştir. Total bağlanma dayanımları değerlendirildiğinde, ZBU adezivi CBQ ve CBU adezivlerine kıyasla daha yüksek bağlanma dayanımı gösterdi ve bu farklılık istatistiksel olarak anlamlı bulundu ($p=0,01$) (Şekil 4.1). Subtotal bağlanma dayanımları

değerlendirildiğinde, ZBU hem SE hem de E&R modlarında diğer adezivlere kıyasla daha yüksek μ TBS değerleri gösterdi (Şekil 4.2). ZBU adezivin SE grubu ile CBQ ve CBU adezivlerin E&R gruplarında görülen farklılık istatistiksel olarak anlamlı bulundu ($p=0,07$).



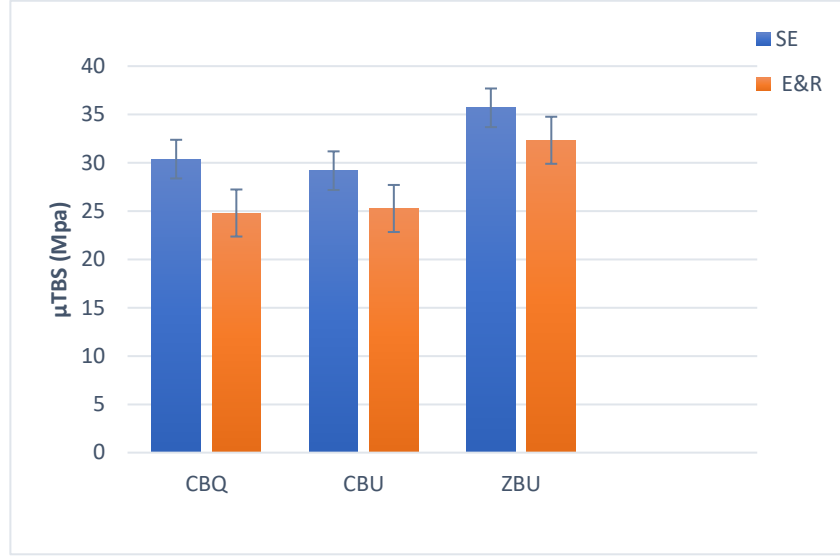
Şekil 4. 1. Adezivlerin ortalama μ TBS grafiği (Mpa)

Grupların 24 saat sonraki bulgularında, en yüksek μ TBS değeri ZBU'nun E&R grubunda gözlenirken en düşük değer ise CBQ'nun E&R grubunda görüldü. Bu farklılık istatistiksel olarak anlamlı bulunurken ($p= 0,001$), adezivlerin diğer grupları arasındaki farklılıklar anlamlı bulunmadı ($p>0,05$).

Tablo 4. 2. Adeziv ajanların ortalama μ TBS ($\pm$ SS) deęerleri (Mpa).

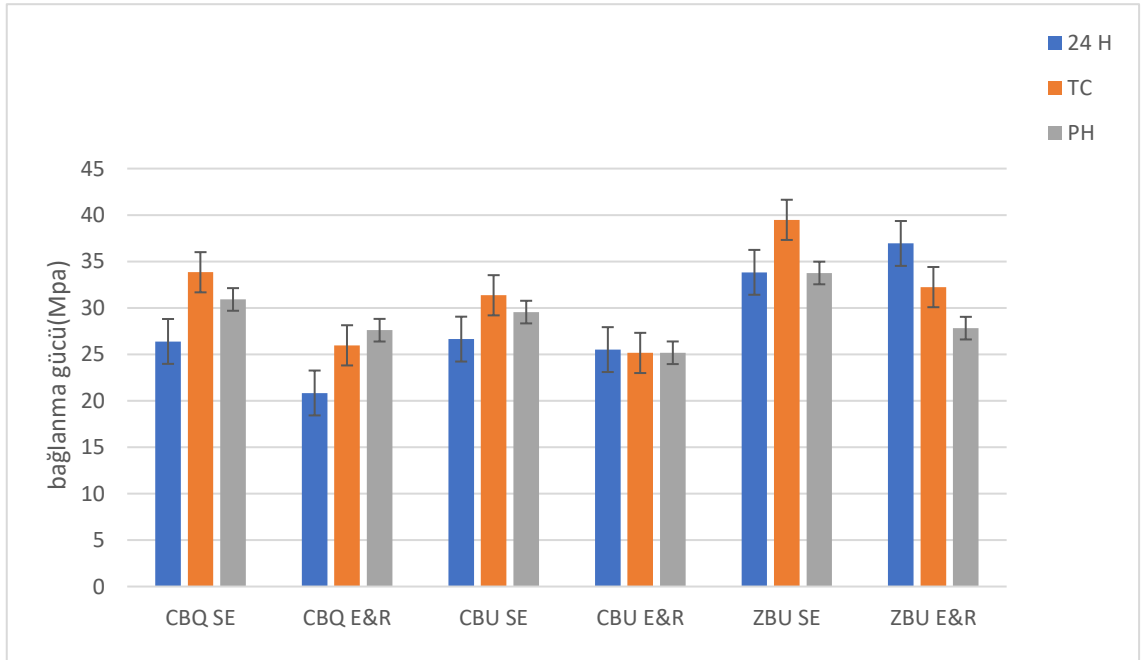
Adeziv	Aplikasyon modu	24 saat	Termal siklus	PH siklus	Subtotal	Total
CUQ	SE	26,39 $\pm$ 7,97 aAB	33,84 $\pm$ 5,94 aA	30,91 $\pm$ 11,58 abA	30,38 $\pm$ 9,06 AB	27.59 $\pm$ 10.12 A
	E&R	20,84 $\pm$ 11,52 aA	25,97 $\pm$ 12,85 aA	27,60 $\pm$ 5.45 aA	24.80 $\pm$ 10.50 A	
CBU	SE	26,64 $\pm$ 6,60 aAB	31,36 $\pm$ 9,81 aA	29,55 $\pm$ 7,73 aA	29,18 $\pm$ 8,11 AB	27.23 $\pm$ 10.58 A
	E&R	25,51 $\pm$ 10,15 aAB	25,15 $\pm$ 15,04 aA	25,17 $\pm$ 12,92 aA	25,27 $\pm$ 12,41 A	
ZBU	SE	33,83 $\pm$ 9,92 aAB	39,48 $\pm$ 14,32 aA	33,76 $\pm$ 6,22 aA	35,69 $\pm$ 10,66 B	34.01 $\pm$ 11.37 B
	E&R	36,94 $\pm$ 14,71 aB	32,24 $\pm$ 11,51 aA	27,82 $\pm$ 8,22 aA	32,33 $\pm$ 11,98 AB	

Dikey ynde farklı byk harfler ya da yatay ynde farklı kk harfler istatistiksel farklılıęı gsterir ($p \leq 0,05$).



Şekil 4. 2. Adeziv modlarına göre μ TBS grafiği

Yaşlandırma uygulaması (termal siklus, pH siklus) CBQ, CBU ve ZBU adezivlerinin tüm gruplarında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık oluşturmadı ($p>0,05$) (Şekil 4.3).

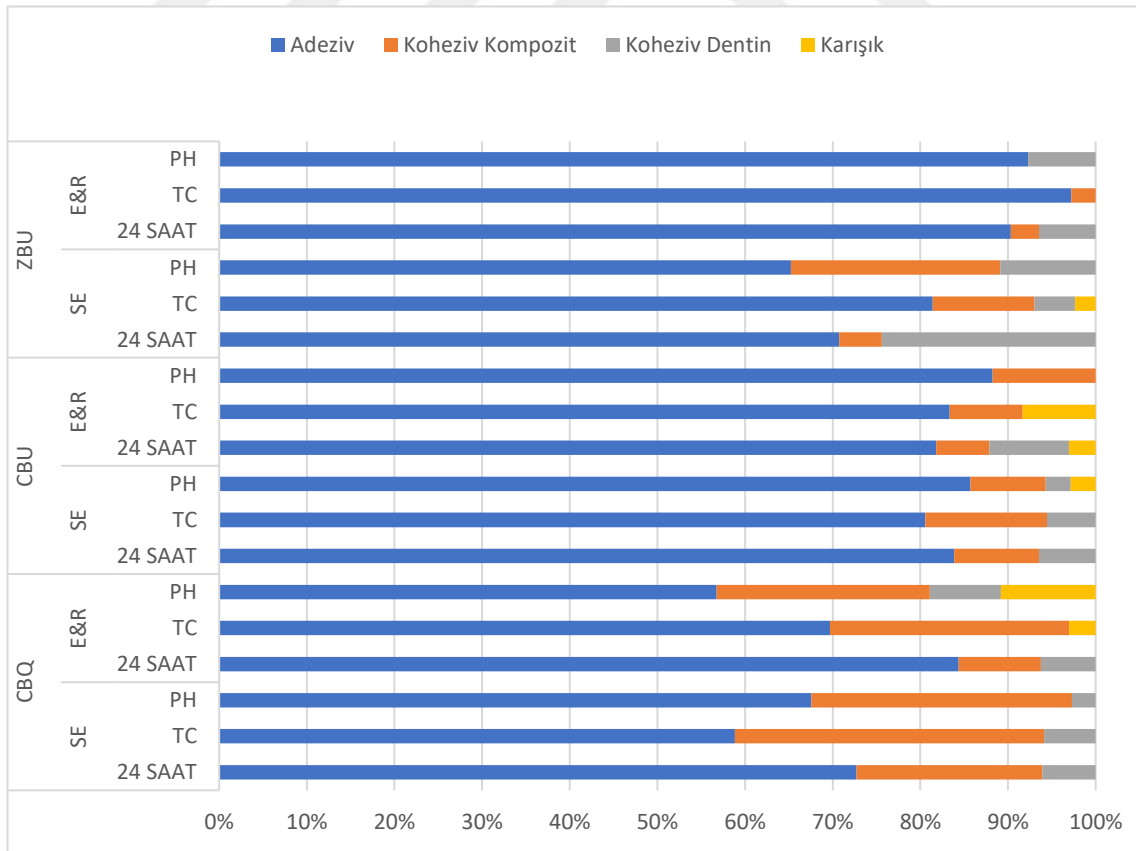


Şekil 4. 3. Adezivlerin farklı yaşlandırma işlemleri sonrası μ TBS grafiği

4.2. Kırılma Başarısızlık Tipi Bulguları

μ TBS testi sonucunda stereomikroskop altında incelenen örneklerde saptanan kırılma tipleri ve dağılımları Tablo 4.3. ve Şekil 4.4'te gösterilmiştir.

Tüm gruplar arasında ZBU E&R modu termal siklus grubu en yüksek adeziv kırılma oranı gösterdi (%90,3). En az adeziv kırılma oranı ise CBQ E&R modu pH siklus grubunda görüldü (%56,8). En az görülen kırılma tipi karışık olup ZBU SE termal siklus grubunda görüldü (%2,3). En fazla karışık kırılma oranını ise CBQ E&R pH siklus grubu gösterdi (%10,8). En yüksek koheziv dentin kırılma oranı, ZBU SE 24 saat grubunda (%24,4), en düşük koheziv dentin kırılma oranı ise CBQ SE pH siklus grubunda görüldü (%2,7). CBQ SE termal siklus grubu en yüksek koheziv kompozit kırılma oranını gösterirken (%35,2), en düşük koheziv kompozit kırılma oranı ZBU E&R termal siklus grubunda görüldü (%2,8).



Şekil 4. 4. Kırılma tiplerinin dağılımı

Tablo 4. 3. Gruplara Ait Kırılma Tipleri (n) ve Dağılımı (%)

Adeziv	Uygulama Modu	Yaşlandırma	Kırılma Tipleri			
			Adeziv n(%)	Koheziv Kompozit n(%)	Koheziv Dentin n(%)	Karışık n(%)
Clearfil Bond Universal Quick	SE	24 SAAT	24 (%72,7)	7 (%21,2)	2 (%6,1)	0 (%0)
		TC	20 (%58,9)	12 (%35,2)	2 (%5,9)	0 (%0)
		PH	25 (%67,6)	11 (%29,7)	1 (%2,7)	0 (%0)
	E&R	24 SAAT	27 (%84,4)	3 (%9,4)	2 (%6,2)	0 (%0)
		TC	23 (%69,7)	9 (%27,3)	0 (%0)	1 (%3)
		PH	21 (%56,8)	9 (%24,3)	3 (%8,1)	4 (%10,8)
Clearfil Bond Universal	SE	24 SAAT	26 (%83,9)	3 (%9,7)	2 (%6,4)	0 (%0)
		TC	29 (%80,6)	5 (%13,9)	2 (%5,5)	0 (%0)
		PH	30 (%85,7)	3 (%8,5)	1 (%2,9)	1 (%2,9)
	E&R	24 SAAT	27 (%81,8)	2 (%6,1)	3 (%9,1)	1 (%3)
		TC	30 (%83,4)	3 (%8,3)	0 (%0)	3 (%8,3)
		PH	30 (%88,2)	4 (%11,8)	0 (%0)	0 (%0)
Zipbond Universal	SE	24 SAAT	29 (%70,7)	2 (%4,9)	10 (%24,4)	0 (%0)
		TC	35 (%81,4)	5 (%11,6)	2 (%4,7)	1 (%2,3)
		PH	30 (%65,2)	11 (%23,9)	5 (%10,9)	0 (%0)
	E&R	24 SAAT	28 (%90,3)	1 (%3,2)	2 (%6,5)	0 (%0)
		TC	35 (%97,2)	1 (%2,8)	0 (%0)	0 (%0)
		PH	36 (%92,3)	0 (%0)	3 (%7,7)	0 (%0)

4.3. FTIR Analizi Bulguları

Adeziv ajanlara ait ortalama DC ($\pm$ SS) değerleri Tablo 4.4’de verilmiştir. DC adezivler arasında önemli derecede farklılık gösterdi ($p=0,012$). CBQ’nun DC değeri hem

CBU (p=0,029) hem de ZBU'ya (p=0,023) kıyasla anlamlı derecede daha düşük bulundu. Ancak CBU ile ZBU arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık görülmedi (p>0,05).

Tablo 4. 4. Adeziv ajanların ortalama DC ($\pm$ SS) değerleri.

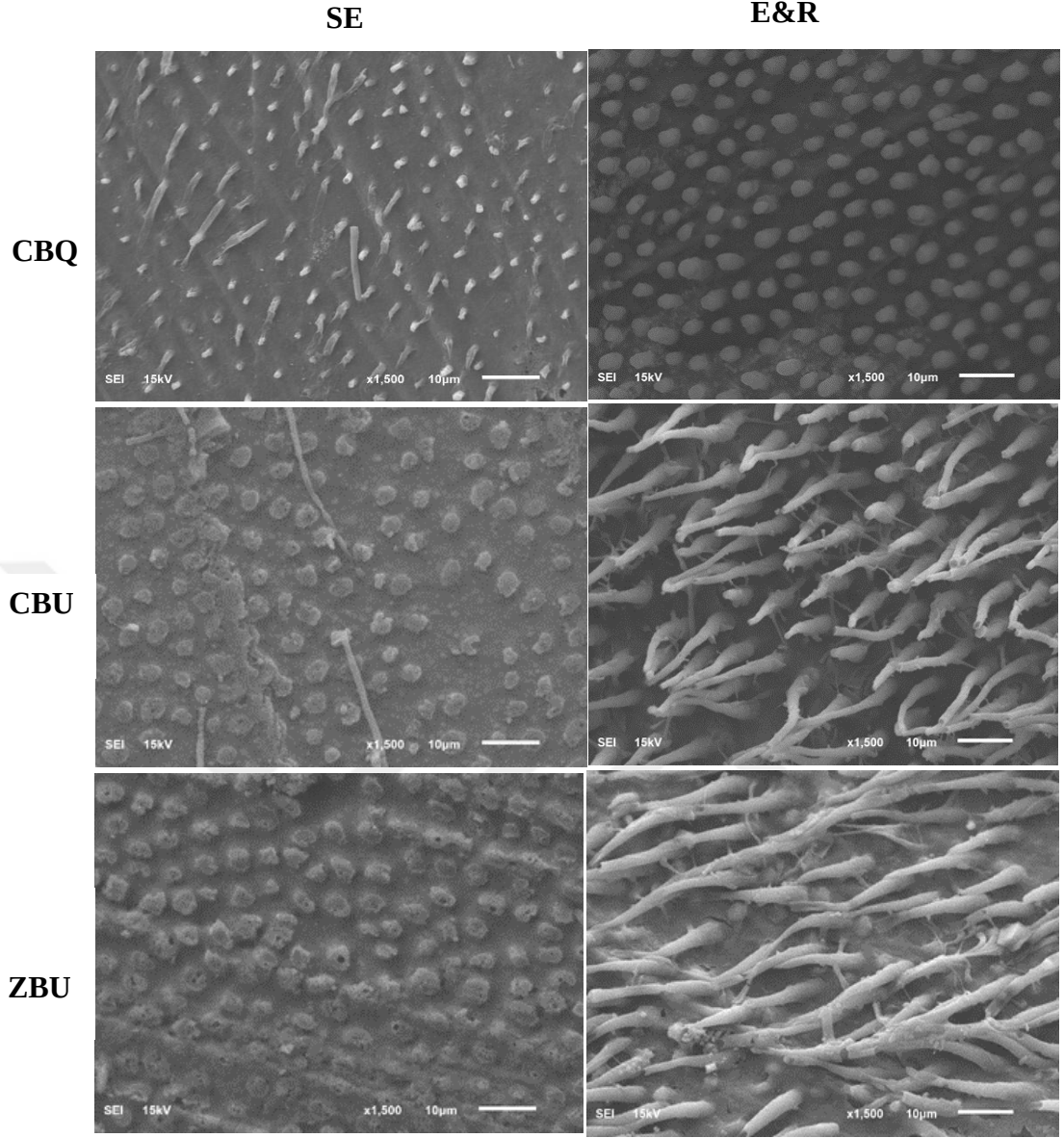
Adeziv	Minimum-Maksimum	Ortalama $\pm$ SS	p-değeri
CBQ	32,40-53,00	42,60 $\pm$ 8,81 ^a	0,012
CBU	45,00-94,70	65,62 $\pm$ 18,05 ^b	
ZBU	63,70-73,80	66,54 $\pm$ 4,20 ^b	

Her satırdaki farklı küçük harfler istatistiksel olarak anlamlı farklılık olduğunu gösterir (p $\leq$ 0,05)

4.4. SEM Analizi Bulguları

Adezivlerin, SE ve E&R bağlanma yöntemleri uygulandığındaki dentin hibrit tabakalarının SEM görüntüleri Şekil 4.5'de gösterilmiştir.

SE ve E&R yöntemleri ile uygulanan adeziv ajanlarının oluşturduğu rezintag yapıları arasında önemli morfolojik farklılıkların olduğu görüldü. ER modunda, rezin monomerler dentin tübüllerine daha fazla penetrasyon gösterdiği, buna karşılık SE modunda daha kısa ve düşük yoğunlukta rezin tag oluşumu gözlemlendi. SE uygulamasında, CBQ adezivin görüntüsünde ince yapılı rezin taglar gözlemlendi. ZBU ve CBU adezivlerinin SE görüntülerinde, daha kalın rezin tag oluşumu izlendi. Ayrıca CBQ ve CBU adezivlerin görüntülerinde ise rezin tag uzunluğu lokasyona bağlı olarak değişiklik gösterdi. E&R uygulaması sonrasında, CBU ve ZBU adezivleri benzer şekilde daha uzun ve yoğun rezin tag oluşumu gösterirken, CBQ adezivinde diğer adezivlere kıyasla daha kısa ve seyrek rezin tag oluşumu gözlemlendi.



Şekil 4. 5. Adeziv ajanların infiltrasyonunun SEM görüntüleri; SE ve E&R uygulaması ($\times 1.500$ büyütme).

5. TARTIŞMA

Dentine adezyon çalışmalarında kullanılacak çekilmiş dişlerin, dehidratasyonunun önlenmesi amacıyla nemli bir ortamda bekletilmesi ve bu sürenin 6 ayı geçmemesi gerektiği belirtilmiştir.^{202, 203} Mikro-Raman spektroskopisiyle yapılan çalışmada,²⁰⁴ çürükten etkilenmiş dentinde bazı yapısal veya kimyasal değişikliklerin meydana geldiği bildirilmiştir. Bu nedenlerden dolayı çalışmamızda, çekim sonrası distile suda en fazla 6 ay bekletilen çürüksüz ve restorasyonsuz insan molar dişleri kullanıldı. Çekilmiş dişlerin dezenfeksiyonunda kullanılan solüsyonlar arasında; %0,1–1kloramin,²⁰⁵⁻²⁰⁷ %70 etanol,^{208, 209} %10 formalin^{210, 211} ve %0,05–0,1 timol^{212, 213} yer almaktadır. Çalışmamızda kullanılan dişler, dezenfeksiyon amacıyla %0,1timol solüsyonunda bir haftayı geçmeyecek şekilde bekletildi.^{153, 183, 213}

Bağlanma dayanımı testlerinde, dentin yüzeyinde standartize bir smear tabakası oluşturmak amacıyla silikon karbit zımpara kâğıtları, alüminyum oksit zımparalar, elmas diskler veya bitirme frezleri tercih edilmiştir.^{214, 215} SE adezivlerin dentine bağlanması, oluşan smear tabakasının kalınlık ve yoğunluğuna bağlı olarak değişiklik gösterebilirken,^{216, 217} E&R uygulama modunda bu durum önemli değildir.^{216, 218} ISO/TS 11405, in vitro koşullardaki çalışmaların standardizasyonu için dentin yüzeyinin 600 gritlik silikon karbit zımpara kağıdı ile aşındırılmasını önerir.¹⁴⁰ Çalışmamızda standart bir smear tabakası oluşturmak için 600 gritlik silikon karbit zımpara kullanıldı.

Literatürde ışıklama sonrası polimerizasyonun büyük bir kısmının, ışık kaynağının uzaklaştırılmasını takiben ilk birkaç dakika veya bir saat içinde gerçekleştiği,^{219, 220} 24 saat içerisinde ise daha yavaş bir artış olduğu belirtilmiştir.²²¹ Kompozit rezin polimerizasyon sürecinin tamamlanması ve artık monomer miktarının azaltılması amacıyla örneklerin, in vitro testler uygulanmadan önce 24 saat boyunca 37 °C'de distile suda bekletilmesi önerilmektedir.¹⁴⁰

Dental materyallerinin klinik performansını anlamak ve geliřtirmek iin birden fazla test yntemi gereklidir; ancak seilen test yntemi, uygulanması grece kolay, laboratuvarlar iinde ve arasında tekrarlanabilir olmalıdır.²²² μ TBS yntemi; yaklaşık 1 mm²lik yzey alanı sayesinde zellikle adeziv tipte kırık gzlenmesi, tek bir diřten birden fazla rnek elde edilebilmesi, tek bir diř zerinden ortalama ve varyans hesaplamalarının gerekleřtirilebilmesi, dzensiz yzeylerin test edilmesine olanak saėlaması gibi avantajlara sahiptir.²²³ Pashley ve ark.¹⁵⁴ tarafından yapılan alıřmada, uzun dnem rezin-sert doku baėlantısının deėerlendirilmesi iin bu yntemin ideal olduėu bildirilmiřtir.

Sano ve ark.¹⁶⁰ tarafından nerilen ilk μ TBS rnek tasarımı kum saati řeklinde dir. μ TBS alıřmalarında ubuk, dambıl gibi eřitli rnek geometrileri kullanılmaktadır.²²⁴ rnek tasarımı konusunda fikir birliėinin olmaması ve ařındırma sırasında n test bařarısızlıklarının nispeten daha sık grlmesi nedeniyle, bazı laboratuvarlar ubuk ya da ařındırılma yapılmayan tekniėi nermektedir.^{154, 225} Shono ve ark.¹⁸⁸ tarafından yapılan alıřmada, ařındırılmamıř rneklerle elde edilen baėlanma deėerlerinin ařındırılmıř rnekler ile elde edilen deėerlere benzer olduėu bildirilmiřtir.

İn vitro testlerde, klinik ortamın kořullarını taklit edebilmek amacıyla rneklerle eřitli yařlandırma protokolleri uygulanabilmektedir.¹⁶¹ Literatrde, in vitro alıřmalar kapsamında dinamik stresleri simle etmek amacıyla en sık bařvurulan yařlandırma yntemlerden birinin termal siklus uygulaması olduėu bildirilmiřtir.²²⁶ ISO TR 11450 standardına gre, termal yařlandırmanın 5 C ve 55 C sıcaklıklardaki su banyolarında, 500 siklus řeklinde uygulanması nerilmektedir.¹⁴⁰ Bu alıřmada, ubuk řeklindeki rneklerle 5 ile 55 C arasında 10.000 termal siklus ile yařlandırma yapıldı. Gale ve ark.¹³⁴ ile literatrdeki diėer alıřmaların²²⁷⁻²²⁹ belirttiėi gibi, bu kořullar laboratuvar alıřmaları iin bir yıllık klinik yařlanmaya denk gelecek řekilde standart kořulları temsil etmektedir.

Rezin bazlı restoratif materyallerin plak asitlerine karşı bozunma etkisini öngörmek amacıyla bazı in vitro çalışmalar gerçekleştirilmiştir.²³⁰⁻²³² Ancak bu çalışmalarda, materyaller asidik ortama uzun ve kesintisiz sürelerle maruz bırakılmış, bu da plaktaki asidik sürenin abartılı bir şekilde tahmin edilmesine neden olmuştur. Klinik durumu daha gerçekçi bir şekilde taklit etmek amacıyla Featherstone ve ark.¹⁴¹ tarafından dinamik bir pH siklus modeli geliştirilmiştir. Literatürde, bir dental materyal veya ürününün florür etkinliği test edilecekse pH siklus modelinin uygun bir yöntem olduğu belirtilmiştir.^{233, 234} Çalışmamızda kullandığımız örnekler, alternatif pH siklusu yöntemiyle 14 gün boyunca oda sıcaklığındaki demineralizasyon solüsyonunda 6 saat, remineralizasyon solüsyonunda 18 saat olacak şekilde bekletildi.^{194, 195}

Modern adeziv çalışmalar, restoratif materyaller ile diş dokuları arasındaki bağlanma dayanıklılığını artırmanın yanı sıra, klinik işlemleri daha pratik şekilde basitleştirmeyi hedeflemektedir.³ Klinik uygulama kolaylıklarına rağmen, universal adezivlerin dentin yüzeyine uygulanma modu konusunda fikir birliği sağlanamamıştır.^{2, 235-238} Rosa ve ark.²³⁹ universal adeziv sistemlerin bağlanma dayanımlarının, başlıca pH değerlerine, bağlandıkları substratın türüne (dentin veya mine) ve uygulanan adeziv stratejisine (SE ya da E&R) bağlı olduğunu belirtmiştir. SE adeziv sistemler, içeriklerindeki asidite derecesine bağlı olarak güçlü ($\text{pH} < 1$), orta derecede güçlü ($\text{pH} \sim 1,5$), hafif ($\text{pH} \sim 2$) ve ultra hafif ($\text{pH} \geq 2,5$) şeklinde sınıflandırılmaktadır.⁴ Çalışmamızda kullandığımız ZBU ($\text{pH} = 3$) ultra hafif asiditeye, CBQ ($\text{pH} = 2,3$) ve CBU ($\text{pH} = 2,3$) adezivleri ise hafif asiditeye sahiptir. Munoz ve ark.²⁴⁰ yaptıkları çalışmada iki farklı ultra hafif adezivin anlık bağlanma dayanımları açısından farklı sonuçlar verdiğini bildirmiştir. Scotchbond Universal (SBU) için uygulama modları arasında farklılık bulunmadığı ancak All Bond Universal (ABU) SE modunun E&R moduna kıyasla anlamlı derecede düşük değerler gösterdiği belirtilmiştir. Wagner ve ark.²⁴¹ yaptıkları

çalışmada, SBU ve ABU adezivlerinin uygulama modları arasında farklılık bulunmadığını ve bu durumun termal siklus uygulaması sonrasında da değişmediğini bildirmiştir. Ayrıca araştırmacılar, ultra hafif universal adezivlerin aktif ovalama yöntemiyle uygulanmasının uygulama modları arasında farklılık oluşturmadığını öne sürmüştür. Çalışmamızda, bu sonuçlarla uyumlu olarak, ZBU adezivin 24 saat suda bekletme sonrası E&R modunda SE moduna kıyasla daha yüksek μ TBS değeri gözlemlendi; ancak bu farklılık istatistiksel açıdan anlamlı bulunmadı. Ayrıca, yaşlandırma uygulamaları ZBU'nun uygulama modları arasında anlamlı farklılık oluşturmadı.

Hasegawa ve ark.²⁴² yaptıkları çalışmada, CBQ'nun SE modunun ER moduna göre daha yüksek bağlanma dayanımı gösterdiğini rapor etmiştir. Cavalcanti ve ark.²⁴³ yaptıkları çalışmada, CBQ ve SBU'nun uygulama parametrelerindeki değişikliklerin modlar arasında farklılık oluşturmadığını ve bunun 2 yıllık suda bekletme sonrasında da geçerliliğini koruduğunu bildirmiştir. Literatürde hafif universal adezivlerin dentine bağlanma performansının, uygulanan bağlanma stratejisinden bağımsız olduğu ve bu durumun söz konusu adezivleri çoklu uygulama modları açısından daha uygun hale getirdiği belirtilmiştir.^{123, 239} Van Meerbeek ve ark.⁴ tarafından yapılan çalışmada, hafif SE adezivlerin dentini yalnızca kısmen demineralize ettiği ve kolajen fibrillerin etrafındaki hidroksiapatit kristallerinin büyük ölçüde korunduğu bildirilmiştir. Bu sayede, SE adezivlerin dentine mikromekanik ve kimyasal yollarla bağlanabildiği belirtilmiştir. Çalışmamızda kullanılan hafif universal adezivlerin (CBQ ve CBU) uygulama modunun hem anlık hem de yaşlandırma sonrası bağlanma değerleri üzerinde etkili olmadığı görüldü.

Universal adeziv sistemlerinin kimyasal bileşimlerindeki farklılıklar, adezivin smear tabakası ile etkileşimi ve uygulama protokolü, dentine karşı uzun ömürlü ve öngörülebilir bağlanma elde edilmesinde belirleyici faktörler olabilir.^{244, 245} Yapılan

çalıřmalarda, adezivin smear tabakasını etkin řekilde aşarak dentinle etkileřime girmesinde temas süresinin bağlanma gücü açısından kritik öneme sahip olduđu belirtilmiřtir.^{128, 246, 247}

Ahmed ve ark.²¹⁵ yaptıkları çalıřmada, CBQ'nun üretici talimatlarındaki 'hızlı uygulama' ile 20 sn bekleme (CBQ₂₀) protokolünü karşılařtırmıř; 1 haftalık suda bekletme sonrası CBQ₂₀'nin her iki modda da daha yüksek μ TBS gösterdiğini, ancak SE modunda E&R'a kıyasla daha düşük deđerler elde edildiğini bildirmiřtir. Altı aylık yařlandırmada ise CBQ₂₀ ile CBQ arasında fark bulunmamıřtır. alıřmamızdan farklı olarak, elmas frez ile oluřturulan smear tabakası CBQ'nun SE modunda daha düşük deđerler almasına neden olabilir.²⁴⁸

Hanabusa ve ark.¹⁰⁵ tarafından yapılan çalıřmada, fosforik asitin dentinde hafif SE adezivlerin infiltrasyon kapasitesinden daha fazla dekalsifikasyona neden olabildiğini, yetersiz rezin infiltrasyonu gösteren bölgelerin bağın mekanik stabilitesini etkileyebileceğini^{249, 250} ve bu durumun da elde edilen μ TBS sonuçlarında varyasyona yol açabildiğini belirtilmiřtir. Yapılan ara yüzey analizlerinde, E&R modunda SE moduna kıyasla bağlanma dayanımında anlamlı bir azalma olmamasına rağmen, daha düşük kalitede hibrit tabakanın oluřtuđu bildirilmiřtir. Arařtırmacılar, yalnızca bağlanma dayanımı verilerinin sonuçların deđerlendirilmesinde yetersiz kalabileceğini; bağlanma arayüzeylerinin mikromorfolojik özelliklerinin de dikkate alınması gerektiğini vurgulamıřtır. Bu sonuçlar, çalıřmamızda CBQ ve CBU'nun E&R modundaki μ TBS deđerlerinin SE moduna göre daha düşük olmasına rağmen farkın istatistiksel olarak anlamlı bulunmamasını açıklamaktadır. SEM görüntülerinde ise E&R modunda CBQ'da daha kısa ve seyrek, CBU'da ise daha uzun ve yoğun rezin taglar gözlemlendi.

alıřmamızda, CBQ ve ZBU adezivlerinin E&R modunda 24 saat suda bekletme sonrası elde edilen μ TBS deđerlerinde istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulundu.

CBQ çözücü olarak etanol-su içerirken, ZBU ise etanol-su-bütanon bazlı üçlü çözücü sistemini içermektedir (Tablo 3.1). Bütanonun viskozite değeri (0,41 cp) etanole kıyasla daha düşük (1,10 cp) düzeydedir.^{251, 252} Ayrıca bütanon, 25 °C’de 89 mmHg’lik buhar basıncıyla, 19 °C’de 40 mmHg buhar basıncına sahip etanol ile karşılaştırıldığında daha yüksek bir buhar basıncına sahiptir.²⁵² CBQ’nun hızlı uygulama prosedürü ile uygulanmasının, E&R modunda hafif SE adezivlerin infiltrasyon kapasitesinden fazla oluşan demineralize dentine yeterli rezin infiltrasyonunun sağlanamamasına ayrıca çözücülerin etkin bir şekilde uzaklaştırılamamasına neden olabilir.^{105, 253} Ayrıca ZBU’nun çözücü sistemi ve uygulama protokolü (10 sn aktif uygulama ve 10 sn bekleme) çözücülerin daha etkili şekilde uzaklaştırılmasına olanak sağlayarak rezin monomerlerin dentine infiltrasyonunun artmasını sağlamış olabilir.²⁵⁴ Yapılan çalışmalarda, adeziv yapıda kalan artık çözücülerin polimerize olmuş yapıdan sızarak yerlerini suya bırakabileceği, bunun da adeziv matriksin zayıflamasına ve hidrolitik degradasyona uğramasına yol açabileceği bildirilmiştir. Spencer ve Wang²⁵⁵ tarafından yapılan çalışmada, demineralize dentin matriksi içinde adezivin su ile karışmasının hidrofobik Bis-GMA ile hidrofilik HEMA açısından zengin fazlara ayrılmasına yol açtığı bildirilmiştir. Bu faz ayrışmasının, kolajen-polimer ağının oluşumunu ve adezivin demineralize dentine infiltrasyonunu baskıladığı öne sürülmüştür. CBQ’daki amid monomeri ile beraber HEMA miktarının azaltıldığı belirtilse de,^{256, 257} ZBU’nun HEMA içermemesi E&R modunda asitleme sonrası artan yüzey nemliliğinden CBQ’ya kıyasla etkilenmemesini sağlayabilir.²⁵⁸ Ayrıca literatürde, E&R modunda oluşan uzun rezin tagların bağlanma dayanımına anlamlı bir katkı sağlamadığı bildirilirken,^{128, 259} çalışmamızın SEM görüntülerinde ZBU CBQ’ya kıyasla daha yoğun ve uzun rezin tag oluşumu gösterdi.

Pires ve ark.²⁵² dört farklı universal adezivi, 24 saat ve 10 ay yapay tükürük solüsyonunda bekleterek dentine bağlanma dayanımlarını değerlendirmiştir. Çalışmada, 24 saatlik suda bekletme sonrası ZBU her iki uygulama modunda en yüksek μ TBS değerlerini göstermiş; ayrıca yaşlandırma işlemi bu değerler üzerinde anlamlı bir değişikliğe yol açmamıştır. Buna karşılık, CBQ her iki modda diğer adezivlerden daha düşük μ TBS değerleri göstermiş ve yaşlandırma süreci bu değerlerde belirgin bir azalmaya yol açmıştır. Araştırmacılar ZBU'nun içerdiği bütanonun viskozite ve yüzey gerilim özelliklerinin, su ve etanol ile kombinasyonu sayesinde resin monomerlerin dentine daha iyi difüzyonuna olanak sağlamış olabileceğini öne sürmüştür. Çalışmamızda, bu sonuçlarla uyumlu olarak, ZBU her iki uygulama modunda da en yüksek CBQ ise en düşük μ TBS değerlerini gösterdi. Ancak, CBQ'da yaşlandırma sonrası gözlenen anlamlı azalma çalışmamızdan farklılık göstermektedir. Bu farklılık, oluşturulan smear tabakasının özelliklerinden, kullanılan yaşlandırma yöntemlerinden ve CBQ ile ZBU adezivleri arasındaki uygulama süresi veya yöntemlerindeki değişikliklerden kaynaklanabilir. ZBU, üretici tarafından belirtilen uygulama prosedüründen farklı olarak yapılan çalışmada 20 sn aktif ovalanma ile uygulanmıştır. Ultra hafif universal adezivlerin, aktif ovma yöntemiyle uygulanmasının bağlanma dayanımını anlamlı düzeyde artırabildiği belirtilmiştir.²⁶⁰ Ayrıca, 10-MDP gibi hidrofobik özellik gösteren monomerlerin aktif uygulama sayesinde etkin biçimde dentin yüzeyine penetre olabildiği böylece yaşlandırma işlemlerinin bağlanma performansını olumsuz etkilemediği bildirilmiştir.^{261, 262} CBQ'nun ise üretici talimatları dışında pasif olarak uygulanması, düşük bağlanma değerleri oluşturabilir.^{253, 263}

Termal siklus, restoratif materyallerin in vitro olarak yaşlandırılması için geçerli yöntemlerden biridir.¹⁵¹ Yapılan çalışmalarda uygulanan döngü sayıları, sıcaklık değerleri, banyo süresi ve banyolar arasındaki geçiş sürelerinin farklılık göstermesi,

çalışmaların sonuçlarının karşılaştırılmasını zorlaştırmakta ve literatürde çelişkili bulguların ortaya çıkmasına yol açmaktadır.^{151, 264-266} Yapılan çalışmalarda, termal siklusun rezin-dentin bağlanma dayanımı üzerindeki rolü; uygulanan test yöntemi, döngü sayısı,²⁶⁷ kullanılan adeziv sistemi ve bunların fonksiyonel monomerlerine,^{264, 266, 268} C-faktörü,²⁶⁶ substrat türü, kavite derinliği, yüzey hazırlığı, bekletme süresi ve smear tabakasının özellikleri gibi birçok faktöre bağlıdır.^{151, 269}

Literatürde yapılan çalışmalarda termal siklusun, bağlanmış ara yüzeyleri oluşturan materyallerin farklı ısısal genleşme katsayıları nedeniyle bozunma sürecini hızlandırdığı belirtilmiştir.^{128, 192, 270} Ancak 1992–1996 yılları arasında yayımlanan verilerin incelendiği bir meta-analiz çalışmasında termal siklusun bağlanma dayanımı üzerinde anlamlı bir etkisi olmadığını bildirmiştir.²⁷¹ Munck ve ark.¹²⁸ meta analize dâhil edilen çalışmaların çoğunun, ISO standardına uygun olarak 500 döngü ile yapıldığını ancak bu döngü sayısının, yaşlandırma etkisi oluşturmak için muhtemelen yetersiz olduğunu belirtmiştir. Ayrıca, düz yüzeylere bağlanmış kompozit örneklerle termal siklusla yaşlandırılma sonrasında bağlanma dayanımı testlerinin uygulanmış olmasının, düşük C-faktörü nedeniyle ara yüzeyde oluşabilecek tekrarlayan gerilmeleri sınırlandırabileceği bildirilmiştir.

CBQ, CBU ve ZBU MDP monomeri içeren ve dentine kimyasal olarak bağlanabilen universal adeziv sistemlerdir.^{252, 272} Literatürde, MDP'nin hidroksiapatitte bulunan Ca ile oluşturduğu iyonik bağlar sayesinde kimyasal bağlanma sağladığı ve böylece bağlanma ara yüzeyinde çözünmeyen MDP-Ca tuzlarını oluşturduğu belirtilmiştir. Ayrıca bu tuzların, MDP-Ca nanokatmanları şeklinde birikerek diş yüzeylerine kimyasal adezyonu mümkün kıldığı ve bu sayede hibrit tabakayı hidrolize karşı koruduğu bildirilmiştir.^{108, 273} Yapılan çalışmalarda, MDP içeren universal adezivlerin demineralize dentin üzerine uygulandığında MDP ile kolajen arasında bir

etkileşim gerçekleştiği tespit edilmiştir.^{274, 275} MDP ampifilik (hem hidrofilik, hem hidrofobik) bir monomerdır.²⁷⁶ MDP, hidrofobik özelliği ile kolajen yüzeyi arasında etkileşim sağlayan uzun bir alifatik zincire ve dihidrojen fosfat grubuna sahiptir.^{274, 277, 278} Ayrıca, MDP ile kolajen arasında hidrojen bağları yoluyla da güçlü bir bağlanma gözlemlendiği bildirilmiştir.²⁷⁵

Yapılan çalışmalar, MDP içeren adezivlerin dentinle daha güçlü ve stabil bir kimyasal bağ oluşturabildiğini, bunun da bağlanma dayanımını çalışmamızda olduğu gibi çeşitli yaşlandırma uygulamaları sonrasında bile koruyabildiğini belirtmiştir.^{252, 279, 280}

Hidari ve ark.²⁸¹ CBQ ve aynı içeriğe sahip ancak MDP içermeyen deneysel bir adezivi farklı yaşlandırma koşulları (suda bekletme ve termal siklus) sonrasında karşılaştırmıştır. CBQ, E&R modunda SE'ye göre daha fazla bağlanma dayanımı kaybı gösterse de her iki yaşlandırma koşulunda da MDP içermeyen deneysel adezive göre üstün performans göstermiş ve yaşlandırma istatistiksel olarak anlamlı farklılık oluşturmamıştır. MDP'nin hem SE hem de E&R modunda dentine bağlanma dayanımını artırmada önemli bir rol oynadığı; ancak asitleme işlemi ile hidroksiapatitin çözünmesinin kimyasal bağlanmanın erken aşamada güçlenmesini, uzun dönemde ise bağlanma dayanımını olumsuz yönde etkileyebileceği belirtilmiştir. Çalışma tasarımı ve uygulama yöntemlerindeki farklılıklara rağmen, elde edilen bulgular çalışmamızın sonuçları ile uyumluluk göstermektedir.

Kitahara ve ark.²⁷⁹ yaptıkları çalışmada, CBQ gruplarında 10000 ve 20000 termal siklus sonrası bağlanma dayanımında belirgin bir farklılık tespit etmemiştir. Araştırmacılar, CBQ grubunda termal siklus sayısına bağlı olarak azalan adeziv başarısızlık oranını, amid monomer içeriğiyle birlikte HEMA oranının azaltılmasına²⁸² ve bunun dentin-adeziv arayüzeyinde oluşabilecek bozulmaların önlenmesine katkı sağlamış olabileceğini öne sürmüştür. Yapılan çalışmada ayrıca adezivlerin DC

incelenmiş; CBQ'nin en yüksek değeri aldığı ve termal siklus gruplarında döngü sayısı arttıkça DC değerlerinin arttığı belirtilmiştir. Araştırmacılar termal siklus sürecindeki ısının, adezivlerin sonradan polimerizasyonunu hızlandırarak DC değerlerini artırabileceğini bildirmiştir. Söz konusu çalışmada, çalışmamızdan farklı olarak adezivlerin DC dentine uygulandıktan sonra değerlendirilmiştir. Fonksiyonel monomer içeren deneysel adezivlerin DC değerlerinin, hidroksiapatit varlığında artması çalışmamızda CBQ'nun daha düşük değerler elde etmesine neden olabilir.²⁸³ Ayrıca çalışmamızda CBQ gruplarında gözlenen termal siklus sonrası artan koheziv kırık oranı, Leloup ve ark.²⁷¹ tarafından belirtildiği gibi bağlanma kuvveti artışı ile orantılıdır.

Literatürde, arayüz materyallerinin (örneğin adeziv tabaka ve restoratif materyaller) fiziksel özelliklerinin, polimerizasyon sonrası reaksiyon (post-polimerizasyon) sayesinde artması, bağlanma dayanımının zamanla artmasının nedenlerinden biri olarak görülmektedir.²⁸⁴⁻²⁸⁶ Hirokane ve ark.²⁸⁷ kompozit rezinin zamanla artan dayanıklılık ve sertliğinin bağlanma dayanımının artmasında önemli bir faktör olduğunu belirtmiştir. Yapılan başka bir çalışmada,²⁸⁸ benzer bir reaksiyonun polimerize olmuş adeziv tabakada da meydana gelebileceği ve diş dokusu ile polimerize kompozit arasında iki ayrı arayüz bulunması nedeniyle bu etkinin daha belirgin olabileceği belirtilmiştir. Bu sonuçlar, çalışmamızda gözlenen ancak istatistiksel olarak anlamlı olmayan bağlanma dayanımı artışlarının nedeni olabilir.

Flor salabilen rezin materyallerle yapılan çalışmalar, oluşturulan hibrit tabaka ve altındaki mineralize dentinde birkaç haftalık suda bekletme sonrasında florür iyonlarının tespit edilebildiğini göstermiştir.^{97, 289} Yapılan çalışmalarda, dentine penetre olan florür iyonlarının mineralizasyon sürecini destekleyerek dentinin demineralizasyona karşı dayanıklılığını artırdığı belirtilmiştir.^{290, 291} Nakajima ve ark.¹³ tarafından yapılan çalışmada, flor içeren SE adezivin dentine bağlanma dayanıklılığının 6 ay suda bekletme

sonrasında değişmediği, flor içermeyen SE adezivde ise bağlanma dayanımında anlamlı bir azalma tespit edilmiştir. Araştırmacılar, florürün yavaş salınımının hibrit tabakanın altındaki mineralize dentinde florapatit oluşumunu destekleyerek bu bölgenin mineral çözünürlüğünü azalttığını ve hidrolitik enzim salınımını engellediğini, böylece bağlanma dayanımının artmasına katkı sağladığını öne sürmüştür.

CBQ ve ZBU, sodyum florür (NaF) doldurucusunu içeren universal adezivlerdir. Shinohara ve ark.²⁹² NaF doldurucusunun suda kolaylıkla çözünebilen inorganik bir bileşik olması nedeniyle,¹¹ adeziv rezinden florür iyonlarının etkin bir şekilde salınabileceğini öne sürmüştür. CBQ'nun asiditesi ve HEMA içeriğine bağlı hidrofilik özelliği, çalışmamızda termal siklus sırasında gerçekleşen su emilimi ile beraber florür salınımını artırmış olabilir.^{84, 270, 293} Artan florür salınımı, florapatit oluşumunu destekleyebilir ve hidrolitik enzimlerin aktivitesini baskılayarak E&R modunda gözlenen yetersiz infiltrasyonun termal siklusun hidrolizi hızlandırıcı etkisinden korunmasına katkı sağlamış olabilir.^{13, 87}

pH siklus modelleri, karyojenik zorlukları niteliksel ve niceliksel olarak değerlendirmek için literatürde kullanılmaktadır.¹⁹³ Tsuchiya ve ark.²⁹⁴ yaptıkları çalışmada, adeziv restorasyonlarda asit-baz maruziyeti sonrası hibrit tabakaya bitişik bir asit-baz dirençli bölgenin (ABRZ) oluştuğunu tanımlamıştır. Literatürde, ABRZ mekanizmasının fonksiyonel monomerlerin hibrit tabakanın ötesine penetre olmasından kaynaklandığı ve çoğunlukla adezivin içerdiği fonksiyonel monomerlerle ilişkili olduğu bildirilmiştir.^{91, 295-297}

Shinohara ve ark.⁹³ flor içeren SE adeziv grubunda, flor içermeyen SE sisteme kıyasla daha kalın ABRZ gözlendiğini belirtmiştir. Ichikawa ve ark.²⁹⁸ uzun süreli suda bekletme sonrası ABRZ'nin flor içermeyen SE adezivde giderek incelendiğini, flor içeren SE adezivde ise zamanla kalınlaşma eğilimi gösterdiğini ortaya koymuştur. Inoue ve

ark.²⁹⁵ asit baz maruziyeti sonrasında üç farklı adeziv sistemi (iki aşamalı SE, tek aşamalı SE ve iki aşamalı E&R) değerlendirdikleri çalışmada, E&R sistemdeki asit uygulamasının ABRZ oluşumunu engellediği belirtilmiştir.

Literatürde pH siklusunun adeziv–dentin arayüzü bağlanma dayanımına etkisine dair sınırlı bilgi bulunmaktadır; mevcut veriler, bu etkinin bağlanma arayüzlerinde yapısal bozulma ve erozyonun yanı sıra asit maruziyeti sonrası adezivlerin kütsel yıkımı ile ilişkilendirilmiştir.^{143, 195} Deng ve ark.¹⁹⁵ tarafından yapılan çalışmada, pH siklus ile yaşlandırma sonrasında hem E&R hem de SE adezivlerin bağlanma dayanımlarında anlamlı bir azalma olduğu belirtilmiştir. Çalışmamızdan farklı olarak gözlenen azalmanın, adeziv sistemlerden kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

Peris ve ark.²⁹⁹ yaptıkları çalışmada, flor içeren ve içermeyen SE adezivler arasında μ TBS değerleri açısından istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmadığını ve pH siklus sonrasında ise adezivlerin bağlanma dayanımlarında anlamlı bir azalma olduğunu bildirmiştir. Çalışmamızdan farklı olan sonuçlar, kullanılan adeziv sistemlerden, sığır dişleri ile insan dişleri arasındaki demineralizasyon davranışı farklılığından,³⁰⁰ pH siklusu modelinden ve kum saati şeklindeki örnek hazırlama sürecinde ara yüzde oluşabilecek mikroçatlakların bağlanma dayanımını azaltmasından kaynaklanabilir.³⁰¹⁻³⁰³

Pinto ve ark.³⁰⁴ ile Costa ve ark.³⁰⁵ tarafından yapılan çalışmalarda, pH siklus uygulamasının dentin üzerinde elde edilen bağlanma dayanımlarına etkisi olmadığı belirtilmiştir. Bu sonuçlar, çalışmamızın sonuçları ile uyumludur. MDP monomerinin asidik ortamda artan MMP aktivitesini sınırlayıcı etkisi^{87, 306, 307} ve dentin yapısıyla kurduğu kimyasal bağ^{108, 273-275} çalışmamızda pH siklusu sonrası bağlanma dayanımının korunmasına katkıda bulunan önemli faktörlerden biri olarak değerlendirilmiştir. Ayrıca,

asit-baz maruziyeti çalışmamızın SE gruplarında adezivlerin ABRZ oluşumunu teşvik ederek E&R gruplarına kıyasla daha az etkilenmesine neden olabilir.^{295, 305}

Literatürde flor salınım hızının asidik ortamda daha yüksek olduğu ve yüzeyde florür bileşiklerinin çökmesinin büyük ölçüde pH'a bağlı olduğunu bildirmiştir.^{308, 309} Ayrıca Kato ve ark.³¹⁰ tarafından yapılan çalışmada, NaF'nin MMP aktivitesini inhibe edici etkisi olduğu rapor edilmiştir. Bu etkinin, florür iyonlarının yüksek elektronegatifliği nedeniyle Ca^{2+} ve Zn^{2+} iyonlarıyla kolaylıkla reaksiyona girmesi ve böylece MMP'lerin ileri düzeyde aktivasyonunun engellenmesiyle ilişkili olabileceği öne sürülmüştür. Çalışmamızda, asit baz maruziyetinin CBQ ve ZBU adezivlerinde NaF salınımını artırarak E&R modunda artan MMP aktivitesini sınırlamış olabileceği düşünülmektedir.³¹¹⁻³¹³

Çürüksüz dentin yüzeylerinde uygulanan E&R yönteminin, smear tabakasını tamamen ortadan kaldırarak, dentin tübüllerini açık hale gelmesine ve böylece yaşlandırma süresi boyunca tübüller aracılığıyla adeziv ara yüzeyine su taşınmasına neden olabileceği belirtilmiştir.^{314, 315} Bu durumun, rezin infiltrasyonu yetersiz kalmış kolajen liflerinde ve adeziv tabakada hidrolize neden olarak, arayüzeylerin kimyasal ve mekanik bütünlüğünü zamanla zayıflatabileceği bildirilmiştir.³¹⁵ Universal adezivlerle ilgili çalışmalar, bu materyallerin dentinde SE modda uygulandığında E&R moduna kıyasla daha stabil bağlanma performansı gösterdiğini ortaya koymaktadır.³¹⁶⁻³¹⁹ Çalışmamızda yaşlandırma sonrası ZBU adezivin SE modunun CBQ ve CBU'nun E&R moduna göre anlamlı derecede daha yüksek bağlanma dayanımı göstermesi, Van Meerbeek ve ark.²⁵ tarafından belirtildiği gibi, kolajen fibriller etrafındaki hidroksiapatitin korunmasının kolajenin hidrolize karşı direncini artırmasıyla açıklanabilir. Ayrıca, ZBU adezivin ultra hafif yapısı bu duruma katkı sağlayabilir.³²⁰

Diğer yandan ZBU'nun kimyasal içeriği, uzun vadede rezin-dentin ara yüzeylerindeki difüzyona bağlı su hareketinin azalmasından sorumlu olabilir.³²¹

Scherrer ve ark.³²² μ TBS test sonuçlarındaki varyasyonunun önemli kaynaklarından birinin test öncesi başarısızlıklar olduğunu belirtmiştir. Arayüzeyde kendiliğinden ayrılan örneklerin tüm çalışmalarda istatistiksel olarak aynı şekilde ele alınmadığını, bir kısmında istatistiksel analize sıfır değeri olarak dahil edildiğini, %30'un da ise test öncesi kopmaların bildirilip istatistiksel analize dahil edilmediğini vurgulamıştır. Çalışmamızda ön test başarısızlığı gösteren örneklerin μ TBS sonuçlarına eklendiğini belirtmek önemlidir. Bu tür başarısızlıkların μ TBS testinde nasıl değerlendirilmesi gerektiği hâlâ tartışmalı olsa da,^{199, 323} ön test başarısızlıkların tamamen göz ardı edilemeyeceği genel olarak kabul edilmektedir. Bu durumun μ TBS sonuçlarının gerçekte olduğundan daha yüksek değerler göstermesine neden olabileceği belirtilmiştir.^{161, 324-326}

Bağlanma dayanımı değerlerinin, adeziv tabakasının mekanik özellikleriyle doğrudan ilişkili olduğu³²⁷ ve düşük DC'nin zayıf mekanik özellikler gösterebileceği belirtilmiştir.³²⁸ Oguri ve ark.³²⁹ tarafından yapılan çalışmada, DC'nin fonksiyonel monomer ve fotoinitiatör sistemine bağlı olabileceği belirtilmiş; hidrofobik fotoinitiatör ile hidrofilik monomerler arasındaki uyumsuzluğun faz ayrımına yol açarak daha düşük DC değerlerine yol açabildiği bildirilmiştir. CBQ'nun hidrofilik amid monomer ve hidrofobik fotobaşlatıcı kamforokinon içermesi çalışmamızda CBU ve ZBU'ya kıyasla daha düşük DC elde etmesine neden olabilir.³³⁰

Literatürde, çözücülerin polimerize olabilen moleküller olmadığından adeziv monomerlerle ağ yapıları oluşturamadığı; bu durumun adeziv rezinin polimerizasyonu engelleyerek polimer yapısının zayıflamasına ve fiziksel özelliklerinin azalmasına yol açtığı bildirilmiştir.^{328, 331} Polimerizasyon öncesi, adezivlerin yüksek çözücü konsantrasyonun içermesinin düşük dönüşüm derecelerine neden olduğu belirtilmiştir.³³¹

SE adezivlerde çözücü olarak bulunan suyun, adezivlerin DC'ni azalttığı³³² ve mekanik özelliklerini olumsuz etkilediği bildirilmiştir.³³³⁻³³⁵ Ayrıca HEMA içeriğinin, adeziv tabakasında tutulan su miktarını artırarak DC değerlerini azalttığı belirtilmiştir.^{118, 336} Çalışmamızda, CBQ'nun çözücü sistemi (etanol-su) ve HEMA içeriği, ZBU'nun çözücü sistemine (etanol-su-bütanon) kıyasla adeziv içerisinde daha fazla su tutulumuna yol açmış olabilir. Bu durum, CBQ'nun ZBU'ya kıyasla daha düşük DC değerleri almasını açıklayabilir.



6. SONUÇ VE ÖNERİLER

Flor içeren universal adezivlerin dentine μ TBS bağlanma stabilitelerinin incelendiği bu çalışmadan elde edilen veriler doğrultusunda;

1. Universal adezivlerin uygulama modları arasında bağlanma dayanımı açısından farklılık bulunmadı.
2. Universal adezivler arasında en yüksek bağlanma dayanımı ZBU adezivinde gözlemlendi.
3. Flor içeren universal adezivler arasında, ZBU CBQ'ya kıyasla daha iyi performans gösterdi.
4. 24 saatlik suda bekletme sonrası, ZBU'nun E&R grubu CBQ'nun E&R grubuna kıyasla daha yüksek bağlanma dayanımı gösterdi.
5. Yaşlandırma uygulamaları, universal adezivlerin bağlanma dayanımlarını etkilemedi.
6. Yaşlandırma uygulamaları sonrası ZBU'nun SE modu, CBQ ve CBU adezivlerin E&R moduna kıyasla daha yüksek μ TBS sergiledi.
7. ZBU ve CBU adezivleri arasında dönüşüm dereceleri açısından farklılık gözlenmezken, her iki adezivin DC değerleri CBQ'ya kıyasla daha yüksek bulundu.
8. Universal adezivlere ait SEM görüntülerinde, CBU ve ZBU'nun E&R gruplarında daha yoğun ve uzun rezin tag oluşumu gözlemlendi. CBQ E&R grubu ise daha kısa ve seyrek rezin tag oluşumu gösterdi.

Bu in vitro çalışmanın sınırlılıkları dikkate alındığında, flor içerikli universal adezivlerin kimyasal yapısı ve uygulama yöntemlerinin dentin üzerinde ölçülen μ TBS değerleri üzerinde farklı etkilere yol açabileceği görülmüştür. Ayrıca, universal adezivlerin uygulama modları ve kullanılan yaşlandırma yöntemlerinin bağlanma dayanımları üzerinde etkili olmadığı tespit edildi.

Çalışmamızda elde edilen verilerin karşılaştırılabilmesi için flor içeren universal adezivler ile ilgili daha fazla çalışmaya ihtiyaç vardır. Ayrıca daha uzun süreli ve farklı solüsyonlarda yaşlandırma teknikleri kullanılarak, adezivlerin flor içeriğinin uzun dönem sonuçlar üzerinde etkisinin değerlendirilmesi gereklidir. DC değerlerinin farklı yaşlandırma protokolleri sonrasında ölçülmesi, elde edilen sonuçların daha kapsamlı değerlendirilmesine katkı sağlayabilir.

KAYNAKLAR

1. Ikemura K, Tay FR, Endo Tve ark. A review of chemical-approach and ultramorphological studies on the development of fluoride-releasing dental adhesives comprising new pre-reacted glass ionomer (PRG) fillers. *Dent Mater*, 2008; 27:315-339.
2. Stape THS, Viita-Aho T, Sezinando Ave ark. To etch or not to etch, Part I: On the fatigue strength and dentin bonding performance of universal adhesives. *Dent Mater*, 2021; 37:949-960.
3. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt Kve ark. From Buonocore's pioneering acid-etch technique to self-adhering restoratives. A status perspective of rapidly advancing dental adhesive technology. *J Adhes Dent*, 2020; 22:7-34.
4. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y ve ark. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater*, 2011; 27:17-28.
5. Huang B, Siqueira WL, Cvitkovitch DGve ark. Esterase from a cariogenic bacterium hydrolyzes dental resins. *Acta Biomater*, 2018; 71:330-338.
6. Van Meerbeek B, Frankenberger R. The" etch-and-rinse" and" self-etch" camps. *J Adhes Dent*, 2016; 18.
7. Zhang Z-y, Tian F-c, Niu L-nve ark. Defying ageing: An expectation for dentine bonding with universal adhesives? *J Dent*, 2016; 45:43-52.
8. Sauro S, Makeeva I, Faus-Matoses Vve ark. Effects of ions-releasing restorative materials on the dentine bonding longevity of modern universal adhesives after load-cycle and prolonged artificial saliva aging. *Materials (Basel)*, 2019; 12:722.
9. Ferracane J. Models of caries formation around dental composite restorations. *J Dent Res*, 2017; 96:364-371.
10. Mukai Y, Tomiyama K, Shiiya Tve ark. Formation of inhibition layers with a newly developed fluoride-releasing all-in-one adhesive. *Dent Mater J*, 2005; 24:172-177.
11. Han L, Edward C, Okamoto Ave ark. A comparative study of fluoride-releasing adhesive resin materials. *Dent Mater J*, 2002; 21:9-19.
12. Marcos J, Townshend A. Fluoride determination by its inhibitory effect on immobilised liver esterase. *Anal Chim Acta*, 1995; 310:173-180.
13. Nakajima M, Okuda M, Ogata Mve ark. The durability of a fluoride-releasing resin adhesive system to dentin. *Oper Dent*, 2003; 28:186-192.
14. Marshall SJ, Bayne SC, Baier Rve ark. A review of adhesion science. *Dent Mater*, 2010; 26:e11-e16.

15. Roberson T, Heymann HO, Swift Jr EJ. Sturdevant's art and science of operative dentistry, 5th ed. Missouri, Elsevier Health Sciences, 2006.
16. Sakaguchi RL, Powers JM. Craig's Restorative Dental Materials, 13th ed. Mosby, Elsevier 2012: 96.
17. Dayangaç B. Kompozit rezin restorasyonlar, ed., Güneş Kitabevi, 2000.
18. Roulet J-F, Degrange M. Adhesion: The Silent Revolution in Dentistry, ed., Quintessence, 2000.
19. Rueggeberg F, Margeson D. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. J Dent Res, 1990; 69:1652-1658.
20. Summitt JB RJ, Hilton TJ, Schwartz RS, Santos Jr JD. Fundamentals of Operative Dentistry: A Contemporary Approach,, 3th ed., Quintessence Publishing Company, 2006.
21. Sturdevant CM, Roberson TM, Swift EJ ve ark. Sturdevant's Art & Science of Operative Dentistry, 4th ed., Mosby, 2002.
22. Anusavice KJ, Phillips RW. Phillips' Science of Dental Materials, 11th ed., 2003.
23. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. J Dent Res, 1955; 34:849-853.
24. Hannig M, Reinhardt K, Bott B. Self-etching primer vs phosphoric acid: an alternative concept for composite-to-enamel bonding. Oper Dent, 1999; 24:172-180.
25. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y ve ark. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. Oper Dent, 2003; 28:215-235.
26. Renzo MD, Ellis T, Domingue A ve ark. Chemical reactions between dentin and bonding agents. J Adhes, 1994; 47:115-121.
27. Bedran-Russo A, Leme-Kraus AA, Vidal CM ve ark. An overview of dental adhesive systems and the dynamic tooth–adhesive interface. Dent Clin North Am, 2017; 61:713-731.
28. Scott JH, Symons NBB. Introduction to Dental Anatomy, 8th ed. Edinburgh ; New York : Churchill Livingstone, 1982.
29. Van Meerbeek B, Perdigao J, Gladys S ve ark. Enamel and dentin adhesion. Fundamentals of operative dentistry: A contemporary approach, Quintessence Publishing Co, 1996: 136-169.
30. Garg N, Garg A. Textbook of operative dentistry, 1th ed., Boydell & Brewer Ltd, 2010: 22.

31. Peumans M, Kanumilli P, De Munck Jve ark. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. *Dent Mater*, 2005; 21:864-881.
32. Perdigao J, Swift Jr E, Denehy Gve ark. In vitro bond strengths and SEM evaluation of dentin bonding systems to different dentin substrates. *J Dent Res*, 1994; 73:44-55.
33. Eliades G, Eliades T, DC W. *Dental Hard Tissues and Bonding*, 1th ed., Springer, 2005.
34. Hilton TJ, Broome J. *Direct Posterior Esthetic Restorations*, 3th ed. Chicago: Quint Publishing Co, 2006: 315-317.
35. Mendis B, Darling A. A scanning electron microscope and microradiographic study of closure of human coronal dentinal tubules related to occlusal attrition and caries. *Arch Oral Biol*, 1979; 24:725-733.
36. Duke E, Lindemuth J. Variability of clinical dentin substrates. *Am J Dent*, 1991; 4:241-246.
37. Suzuki T, Finger W. Dentin adhesives: site of dentin vs. bonding of composite resins. *Dent Mater*, 1988; 4:379-383.
38. Rosales-Leal JI, Osorio R, Holgado-Terriza JAve ark. Dentin wetting by four adhesive systems. *Dent Mater*, 2001; 17:526-532.
39. Sattabanasuk V, Shimada Y, Tagami J. The bond of resin to different dentin surface characteristics. *Oper Dent*, 2004; 29:333-341.
40. Perdigao J, Swift, E.J. *Fundamental Concepts of Enamel and Dentin Adhesion.*, ed. St. Louis, Missouri, Mosby Elsevier, 2006.
41. Attal JP, Asmussen E, Degrange M. Effects of surface treatment on the free surface energy of dentin. *Dent Mater*, 1994; 10:259-264.
42. Dayangaç B. *Kompozit Restorasyonlar: Quintessence Yayıncılık*. 2011.
43. Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki Nve ark. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J Dent Res*, 1979; 58:1364-1370.
44. Nakabayashi N. Hybridization of dental hard tissues. The quality of hybridized dentin, 1998.
45. Heymann HO, Bayne SC. Current concepts in dentin bonding: focusing on dentinal adhesion factors. *J Am Dent Assoc*, 1993; 124:26-36.
46. Zorba DYO, Bayındır YZ, Yıldız M. Geçmişten günümüze dentin bonding ajanlar. *Atatürk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi*, 2004; 2004.
47. Perdigão J, Swift EJ, Lopes GC. Effects of repeated use on bond strengths of one-bottle adhesives. *Quintessence Int*, 1999; 30:819-824.

48. Kanca III J. Resin bonding to wet substrate. I. Bonding to dentin. Quintessence International, 1992; 23.
49. De Goes M, Pachane G, Garcia-Godoy F. Resin bond strength with different methods to remove excess water from the dentin. Am J Dent, 1997; 10:298-301.
50. Van Meerbeek B, Van Landuyt K, De Munck J et al. Technique-sensitivity of contemporary adhesives. Dent Mater J, 2005; 24:1-13.
51. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. J Biomed Mater Res, 1982; 16:265-273.
52. Swift EJ. Dentin/enamel adhesives: review of the literature. Pediatr Dent, 2002; 24:456-461.
53. Prati C, Chersoni S, Mongiorgi R et al. Thickness and morphology of resin-infiltrated dentin layer in young, old, and sclerotic dentin. Oper Dent, 1999; 24:66-72.
54. Nakajima M, Sano H, Burrow M et al. Tensile bond strength and SEM evaluation of caries-affected dentin using dentin adhesives. J Dent Res, 1995; 74:1679-1688.
55. Finger W, Inoue M, Asmussen E. Effect of wettability of adhesive resins on bonding to dentin. Am J Dent, 1994; 7:35-38.
56. Yoshiyama M, Sano H, Ebisu S et al. Regional strengths of bonding agents to cervical sclerotic root dentin. J Dent Res, 1996; 75:1404-1413.
57. Miyazaki M, Oshida Y, Xirouchaki L. Dentin bonding system. Part I: literature review. Biomed Mater Eng, 1996; 6:15-31.
58. Sano H, Yoshiyama M, Ebisu S et al. Comparative SEM and TEM observations of nanoleakage within the hybrid layer. Oper Dent, 1995; 20:160-167.
59. Li H, Burrow M, Tyas M. The effect of long-term storage on nanoleakage. Oper Dent, 2001; 26:609-616.
60. Tay F, Pashley DH, Yoshiyama M. Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. J Dent Res, 2002; 81:472-476.
61. Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S et al. Adhesives and cements to promote preservation dentistry. Oper Dent, 2001; 26:119-144.
62. Takatsu T, Hosoda H. Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. Oper Dent, 1994; 19:59-64.
63. Maciel K, Carvalho R, Ringle R et al. The effects of acetone, ethanol, HEMA, and air on the stiffness of human decalcified dentin matrix. J Dent Res, 1996; 75:1851-1858.
64. Gwinnett AJ. Chemically conditioned dentin: a comparison of conventional and environmental scanning electron microscopy findings. Dent Mater, 1994; 10:149-155.

65. Peumans M, De Munck J, Mine A et al. Clinical effectiveness of contemporary adhesives for the restoration of non-carious cervical lesions. A systematic review. *Dent Mater*, 2014; 30:1089-1103.
66. Tay FR, Pashley DH. Have dentin adhesives become too hydrophilic? *J Can Dent Assoc*, 2003; 69:726-732.
67. Reis A, Pellizzaro A, Dal-Bianco K et al. Impact of adhesive application to wet and dry dentin on long-term resin-dentin bond strengths. *Oper Dent*, 2007; 32:380-387.
68. Loguercio AD, Raffo J, Bassani F et al. 24-month clinical evaluation in non-carious cervical lesions of a two-step etch-and-rinse adhesive applied using a rubbing motion. *Clin Oral Investig*, 2011; 15:589-596.
69. Van Meerbeek B. The "myth" of nanoleakage. *J Adhes Dent*, 2007; 9.
70. Tay FR, Carvalho R, Sano H et al. Effect of smear layers on the bonding of a self-etching primer to dentin. *J Adhes Dent*, 2000; 2.
71. Tay FR, Sano H, Carvalho R et al. An ultrastructural study of the influence of acidity of self-etching primers and smear layer thickness on bonding to intact dentin. *J Adhes Dent*, 2000; 2.
72. Kanca 3rd J. Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. *Am J Dent*, 1992; 5:213-215.
73. Kanca III J. Resin bonding to wet substrate. I. Bonding to dentin. *Quintessence Int*, 1992; 23.
74. Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley D. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. *J Dent Res*, 1994; 73:1212-1220.
75. Toledano M, Osorio R, De Leonardi G et al. Influence of self-etching primer on the resin adhesion to enamel and dentin. *Am J Dent*, 2001; 14:205-210.
76. Oliveira SS, Marshall SJ, Hilton JF et al. Etching kinetics of a self-etching primer. *Biomaterials*, 2002; 23:4105-4112.
77. Perdigão J. Current perspectives on dental adhesion:(1) Dentin adhesion—not there yet. *Jpn Dent Sci Rev*, 2020; 56:190-207.
78. Sofan E, Sofan A, Palaia G et al. Classification review of dental adhesive systems: from the IV generation to the universal type. *Ann Stomatol (Roma)*, 2017; 8:1.
79. Miguez PA, Castro PS, Mauro FN et al. Effect of acid-etching on the enamel bond of two self-etching systems. *J Adhes Dent*, 2003; 5.
80. Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel–dentin adhesives: A systematic review. *Dent Mater*, 2005; 21:895-910.

81. Sezinando A, Luque-Martinez I, Muñoz MArk. Influence of a hydrophobic resin coating on the immediate and 6-month dentin bonding of three universal adhesives. *Dent Mater*, 2015; 31:e236-e246.
82. Perdigão J, Dutra-Corrêa M, Anauate-Netto CArk. Two-year clinical evaluation of self-etching adhesives in posterior restorations. *J Adhes Dent*, 2009; 11.
83. Tay FR, King NM, Pashley DH. How can nanoleakage occur in self-etching adhesive systems that demineralize and infiltrate simultaneously? *J Adhes Dent*, 2002; 4.
84. Tay FR, Pashley DH, Suh BArk. Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent*, 2002; 30:371-382.
85. Reis A, Leite TM, Matte KArk. Improving clinical retention of one-step self-etching adhesive systems with an additional hydrophobic adhesive layer. *J Am Dent Assoc*, 2009; 140:877-885.
86. Takahashi A, Inoue S, Kawamoto CArk. In vivo long-term durability of the bond to dentin using two adhesive systems. *J Adhes Dent*, 2002; 4.
87. Pashley DH, Tay F, Yiu CArk. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res*, 2004; 83:216-221.
88. Itota T, Nakabo S, Iwai YArk. Inhibition of artificial secondary caries by fluoride-releasing adhesives on root dentin. *J Oral Rehabil*, 2002; 29:523-527.
89. Savarino L, Breschi L, Tedaldi MArk. Ability of restorative and fluoride releasing materials to prevent marginal dentine demineralization. *Biomaterials*, 2004; 25:1011-1017.
90. de Carvalho FG, Puppini-Rontani RM, Soares LEArk. Mineral distribution and CLSM analysis of secondary caries inhibition by fluoride/MDPB-containing adhesive system after cariogenic challenges. *J Dent*, 2009; 37:307-314.
91. Iida Y, Nikaido T, Kitayama SArk. Evaluation of dentin bonding performance and acid-base resistance of the interface of two-step self-etching adhesive systems. *Dent Mater J*, 2009; 28:493-500.
92. Nikaido T, Inoue G, Takagaki TArk. New strategy to create “Super Dentin” using adhesive technology: reinforcement of adhesive–dentin interface and protection of tooth structures. *Jpn Dent Sci Rev*, 2011; 47:31-42.
93. Shinohara MS, Yamauti M, Inoue GArk. Evaluation of antibacterial and fluoride-releasing adhesive system on dentin—microtensile bond strength and acid-base challenge. *Dent Mater J*, 2006; 25:545-552.

94. Itota T, Torii Y, Nakabo Sve ark. Effect of fluoride application on tensile bond strength of self-etching adhesive systems to demineralized dentin. *J Prosthet Dent*, 2002; 88:503-510.
95. Itota T, Torii Y, Nakabo Sve ark. Effect of fluoride-releasing adhesive system on decalcified dentin. *J Oral Rehabil*, 2003; 30:178-183.
96. Imazato S, Kinomoto Y, Tarumi Hve ark. Incorporation of antibacterial monomer MDPB into dentin primer. *J Dent Res*, 1997; 76:768-772.
97. Ferracane JL, Mitchem JC, Adey JD. Fluoride penetration into the hybrid layer from a dentin adhesive. *Am J Dent*, 1998; 11:23-28.
98. Grobler S, Rossouw R, Kotze TVW. A comparison of fluoride release from various dental materials. *j Dent*, 1998; 26:259-265.
99. Kameyama A, Tsumori M, Ushiki Tve ark. Fluoride release from newly developed dental adhesives. *Bull Tokyo Dent Coll*, 2002; 43:193-197.
100. Dionysopoulos D, Koliniotou-Koumpia E, Helvatzoglou-Antoniades Mve ark. Fluoride release and recharge abilities of contemporary fluoride-containing restorative materials and dental adhesives. *Dent Mater J*, 2013; 32:296-304.
101. Hara AT, Queiroz CS, Freitas PMve ark. Fluoride release and secondary caries inhibition by adhesive systems on root dentine. *Eur J Oral Sci*, 2005; 113:245-250.
102. Yoda A, Nikaido T, Ikeda Mve ark. Effect of curing method and storage condition on fluoride ion release from a fluoride-releasing resin cement. *Dent Mater J*, 2006; 25:261-266.
103. Inoue S, Van Meerbeek B, Abe Yve ark. Effect of remaining dentin thickness and the use of conditioner on micro-tensile bond strength of a glass-ionomer adhesive. *Dent Mater*, 2001; 17:445-455.
104. Matos AB, Trevelin LT, Silva BTFdve ark. Bonding efficiency and durability: current possibilities. *Braz Oral Res*, 2017; 31:e57.
105. Hanabusa M, Mine A, Kuboki Tve ark. Bonding effectiveness of a new ‘multi-mode’ adhesive to enamel and dentine. *j Dent*, 2012; 40:475-484.
106. Perdigão J, Sezinando A, Monteiro PC. Laboratory bonding ability of a multi-purpose dentin adhesive. *Am J Dent*, 2012; 25:153.
107. Chen C, Niu L-N, Xie Hve ark. Bonding of universal adhesives to dentine—old wine in new bottles? *j Dent*, 2015; 43:525-536.
108. Yoshihara K, Yoshida Y, Nagaoka Nve ark. Nano-controlled molecular interaction at adhesive interfaces for hard tissue reconstruction. *Acta Biomater*, 2010; 6:3573-3582.

109. Yoshihara K, Yoshida Y, Nagaoka Nve ark. Adhesive interfacial interaction affected by different carbon-chain monomers. *Dent Mater*, 2013; 29:888-897.
110. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda Rve ark. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res*, 2004; 83:454-458.
111. Yoshihara K, Hayakawa S, Nagaoka Nve ark. Etching efficacy of self-etching functional monomers. *J Dent Res*, 2018; 97:1010-1016.
112. Van Landuyt K, Snauwaert J, De Munck Jve ark. Origin of interfacial droplets with one-step adhesives. *J Dent Res*, 2007; 86:739-744.
113. Yoshihara K, Yoshida Y, Hayakawa Sve ark. Nanolayering of phosphoric acid ester monomer on enamel and dentin. *Acta Biomater*, 2011; 7:3187-3195.
114. Luque-Martinez IV, Perdigão J, Muñoz MAve ark. Effects of solvent evaporation time on immediate adhesive properties of universal adhesives to dentin. *Dent Mater*, 2014; 30:1126-1135.
115. Tay F, Hashimoto M, Pashley DHve ark. Aging affects two modes of nanoleakage expression in bonded dentin. *J Dent Res*, 2003; 82:537-541.
116. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck Jve ark. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*, 2007; 28:3757-3785.
117. Yoshida Y, Yoshihara K, Hayakawa Sve ark. HEMA inhibits interfacial nanolayering of the functional monomer MDP. *J Dent Res*, 2012; 91:1060-1065.
118. Van Landuyt K, Snauwaert J, Peumans Mve ark. The role of HEMA in one-step self-etch adhesives. *Dent Mater*, 2008; 24:1412-1419.
119. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri Ave ark. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater*, 2008; 24:90-101.
120. Stape THS, Wik P, Mutluay MMve ark. Selective dentin etching: A potential method to improve bonding effectiveness of universal adhesives. *J Mech Behav Biomed Mater*, 2018; 86:14-22.
121. Loguercio AD, De Paula EA, Hass Vve ark. A new universal simplified adhesive: 36-Month randomized double-blind clinical trial. *j Dent*, 2015; 43:1083-1092.
122. Nagarkar S, Theis-Mahon N, Perdigão J. Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2019; 107:2121-2131.

123. Cuevas-Suarez CE, de Oliveira da Rosa WL, Lund RGve ark. Bonding performance of universal adhesives: an updated systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent*, 2019; 21.
124. De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Yve ark. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res*, 2003; 82:136-140.
125. Saboia VP, Silva FC, Nato Fve ark. Analysis of differential artificial ageing of the adhesive interface produced by a two-step etch-and-rinse adhesive. *Eur J Oral Sci*, 2009; 117:618-624.
126. Cardoso M, de Almeida Neves A, Mine Ave ark. Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Aust Dent J*, 2011; 56:31-44.
127. Ohno H, Araki Y, Endo Kve ark. Evaluation of water durability at adhesion interfaces by peeling test of resin film. *Dent Mater J*, 1996; 15:183-192,253.
128. De Munck Jd, Van Landuyt K, Peumans Mve ark. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*, 2005; 84:118-132.
129. Shono Y, Terashita M, Shimada Jve ark. Durability of resin-dentin bonds. *J Adhes Dent*, 1999; 1.
130. Fukushima T, Inoue Y, Miyazaki Kve ark. Effect of primers containing N-methylolacrylamide or N-methylolmethacrylamide on dentin bond durability of a resin composite after 5 years. *j Dent*, 2001; 29:227-234.
131. Kitasako Y, Burrow M, Nikaido Tve ark. The influence of storage solution on dentin bond durability of resin cement. *Dent Mater*, 2000; 16:1-6.
132. Armstrong S, Keller J, Boyer D. The influence of water storage and C-factor on the dentin–resin composite microtensile bond strength and debond pathway utilizing a filled and unfilled adhesive resin. *Dent Mater*, 2001; 17:268-276.
133. Hashimoto M, Ohno H, Sano Hve ark. Micromorphological changes in resin-dentin bonds after 1 year of water storage. *J Biomed Mater Res*, 2002; 63:306-311.
134. Gale M, Darvell B. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *j Dent*, 1999; 27:89-99.
135. Yang B, Adelung R, Ludwig Kve ark. Effect of structural change of collagen fibrils on the durability of dentin bonding. *Biomaterials*, 2005; 26:5021-5031.
136. Aguilar LT, Rezende NPM, Reis Ave ark. Tensile bond strength of adhesive systems: effects of primer and thermocycling. *Pesqui Odontol Bras*, 2002; 16:37-42.

137. Dos Santos PA, Garcia PPNS, Palma-Dibb RG. Shear bond strength of adhesive systems to enamel and dentin. Thermocycling influence. *J Mater Sci Mater Med*, 2005; 16:727-732.
138. Hashimoto M, Ohno H, Kaga Mve ark. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res*, 2000; 79:1385-1391.
139. Miyazaki M, Sato M, Onose Hve ark. Influence of thermal cycling on dentin bond strength of two-step bonding systems. *Am J Dent*, 1998; 11:118-122.
140. ISO I. TS 11405: Dental materials—testing of adhesion to tooth structure. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization ISO Central Secretariat, 2003.
141. Featherstone J, Shariati M, Brugler Sve ark. Effect of an anticalculus dentifrice on lesion progression under pH cycling conditions in vitro. *Caries Res*, 1988; 22:337-341.
142. Turssi C, Hara A, Serra MCve ark. Effect of storage media upon the surface micromorphology of resin-based restorative materials. *J Oral Rehabil*, 2002; 29:864-871.
143. Sauro S, Watson TF, Tay FRve ark. Water uptake of bonding systems applied on root dentin surfaces: a SEM and confocal microscopic study. *Dent Mater*, 2006; 22:671-680.
144. Sano H, Yoshikawa T, Pereira Pve ark. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo. *J Dent Res*, 1999; 78:906-911.
145. Hashimoto M, Ohno H, Sano Hve ark. In vitro degradation of resin–dentin bonds analyzed by microtensile bond test, scanning and transmission electron microscopy. *Biomaterials*, 2003; 24:3795-3803.
146. Yamauti M, Hashimoto M, Sano Hve ark. Degradation of resin–dentin bonds using NaOCl storage. *Dent Mater*, 2003; 19:399-405.
147. Baran G, Boberick K, McCool J. Fatigue of restorative materials. *Crit Rev Oral Biol Med*, 2001; 12:350-360.
148. Anderson D. Measurement of stress in mastication. I. *J Dent Res*, 1956; 35:664-670.
149. Scherrer SS, Wiskott AH, Coto-Hunziker Vve ark. Monotonic flexure and fatigue strength of composites for provisional and definitive restorations. *J Prosthet Dent*, 2003; 89:579-588.
150. Mair L, Padipatvuthikul P. Variables related to materials and preparing for bond strength testing irrespective of the test protocol. *Dent Mater*, 2010; 26:e17-e23.

151. Amaral FL, Colucci V, PALMA-DIBB RGve ark. Assessment of in vitro methods used to promote adhesive interface degradation: a critical review. *J Esthet Restor Dent*, 2007; 19:340-353.
152. Tjäderhane L, Nascimento FD, Breschi Lve ark. Optimizing dentin bond durability: control of collagen degradation by matrix metalloproteinases and cysteine cathepsins. *Dent Mater*, 2013; 29:116-135.
153. Tanumiharja M, Burrow M, Tyas M. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. *Dent Mater*, 2000; 16:180-187.
154. Pashley DH, Carvalho RM, Sano Hve ark. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent*, 1999; 1.
155. Devatha AB, Lakshmi MN, Kumar NBve ark. A Comparative Study of Shear Bond Strength of Direct Bonding System with and without a Liquid Primer: An: In Vitro: Study. *J Pharm Bioallied Sci*, 2019; 11:S515-S522.
156. Kansal R, Rani S, Kumar Mve ark. Comparative evaluation of shear bond strength of newer resin cement (RelyX ultimate and RelyX U200) to lithium disilicate and zirconia ceramics as influenced by thermocycling. *Contemp Clin Dent*, 2018; 9:601-606.
157. Van Noort R, Noroozi S, Howard Ive ark. A critique of bond strength measurements. *j Dent*, 1989; 17:61-67.
158. Placido E, Meira JB, Lima RGve ark. Shear versus micro-shear bond strength test: a finite element stress analysis. *Dent Mater*, 2007; 23:1086-1092.
159. Braga RR, Meira JB, Boaro LCve ark. Adhesion to tooth structure: a critical review of “macro” test methods. *Dent Mater*, 2010; 26:e38-e49.
160. Sano H, Shono T, Sonoda Hve ark. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength—evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater*, 1994; 10:236-240.
161. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin Ave ark. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater*, 2010; 26:e100-e121.
162. Neves AdA, Coutinho E, Cardoso MVve ark. Influence of notch geometry and interface on stress concentration and distribution in micro-tensile bond strength specimens. *j Dent*, 2008; 36:808-815.
163. Neves AdA, Coutinho E, Poitevin Ave ark. Influence of joint component mechanical properties and adhesive layer thickness on stress distribution in micro-tensile bond strength specimens. *Dent Mater*, 2009; 25:4-12.

164. Reis A, de Oliveira Carrilho MR, Tancredo LLFve ark. The influence of storage time and cutting speed on microtensile bond strength. *J Adhes Dent*, 2004; 6.
165. Poitevin A, De Munck J, Van Landuyt Kve ark. Critical analysis of the influence of different parameters on the microtensile bond strength of adhesives to dentin. *J Adhes Dent*, 2008; 10.
166. Shimada Y, Senawongse P, Harnirattisai Cve ark. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. *Oper Dent*, 2002; 27:403-409.
167. DeHoff PH, Anusavice KJ, Wang Z. Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. *Dent Mater*, 1995; 11:126-131.
168. Shimada Y, Kikushima D, Tagami J. Micro-shear bond strength of resin-bonding systems to cervical enamel. *Am J Dent*, 2002; 15:373-377.
169. Chen W-P, Chen Y-Y, Huang S-Hve ark. Limitations of push-out test in bond strength measurement. *J Endod*, 2013; 39:283-287.
170. Guan G, Takano-Yamamoto T, Miyamoto Mve ark. Shear bond strengths of orthodontic plastic brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*, 2000; 117:438-443.
171. Ungor M, Onay E, Orucoglu H. Push-out bond strengths: the Epiphany–Resilon endodontic obturation system compared with different pairings of Epiphany, Resilon, AH Plus and gutta-percha. *Int Endod J*, 2006; 39:643-647.
172. Chan KA, Kazarian SG. Attenuated total reflection Fourier-transform infrared (ATR-FTIR) imaging of tissues and live cells. *Chem Soc Rev*, 2016; 45:1850-1864.
173. Griffiths PR. Fourier transform infrared spectrometry. *Science*, 1983; 222:297-302.
174. Parikh SJ, Chorover J. FTIR spectroscopic study of biogenic Mn-oxide formation by *Pseudomonas putida* GB-1. *Geom J*, 2005; 22:207-218.
175. Chen Y, Zou C, Mastalerz Mve ark. Applications of micro-fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) in the geological sciences—a review. *Int J Mol Sci*, 2015; 16:30223-30250.
176. Gurumurthy B, Dinesh B, Ramesh K. Structural analysis of merino wool, pashmina and angora fibers using analytical instruments like scanning electron microscope and infra-red spectroscopy. *Int J Eng Technol Sci Res*, 2017; 4:112-125.
177. Nawrocka A, Piwonski I, Sauro Sve ark. Traditional microscopic techniques employed in dental adhesion research—applications and protocols of specimen preparation. *Biosensors (Basel)*, 2021; 11:408.

178. Saghiri MA, Asgar K, Lotfi Mve ark. Back-scattered and secondary electron images of scanning electron microscopy in dentistry: a new method for surface analysis. *Acta Odontol Scand*, 2012; 70:603-609.
179. Lloyd GE. Atomic number and crystallographic contrast images with the SEM: a review of backscattered electron techniques. *Mineral Mag*, 1987; 51:3-19.
180. Olsen SL. Applications of scanning electron microscopy in archaeology. *Adv Electron Matered*, Elsevier, 1988: 357-380.
181. Øgaard B, Fjeld M, editors. The enamel surface and bonding in orthodontics. *Semin Orthod*; 2010: Elsevier.
182. Pont HB, Özcan M, Bagis Bve ark. Loss of surface enamel after bracket debonding: an in-vivo and ex-vivo evaluation. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*, 2010; 138:387. e381-387. e389.
183. Özcan M, Mese A. Adhesion of conventional and simplified resin-based luting cements to superficial and deep dentin. *Clin Oral Investig*, 2012; 16:1081-1088.
184. Costa MP, Giacomini MC, Zabeu GSve ark. Impact of functional monomers, bioactive particles, and HEMA, on the adhesive performance of self-etch adhesive systems applied to simulated altered dentin. *j Dent*, 2024; 151:105379.
185. Hashimoto M, De Munck J, Ito Sve ark. In vitro effect of nanoleakage expression on resin-dentin bond strengths analyzed by microtensile bond test, SEM/EDX and TEM. *Biomaterials*, 2004; 25:5565-5574.
186. Karadas M, Çağlar İ. The effect of Er: YAG laser irradiation on the bond stability of self-etch adhesives at different dentin depths. *Lasers Med Sci*, 2017; 32:967-974.
187. Ochiai Y, Inoue G, Nikaido Tve ark. Evaluation of experimental calcium-containing primer in adhesive system on micro-tensile bond strength and acid resistance. *Dent Mater J*, 2019; 38:565-572.
188. Shono Y, Ogawa T, Terashita Mve ark. Regional measurement of resin-dentin bonding as an array. *J Dent Res*, 1999; 78:699-705.
189. Costa AR, Correr-Sobrinho L, Ambrosano GMBve ark. Dentin bond strength of a fluoride-releasing adhesive system submitted to pH-cycling. *Braz Dent J*, 2014; 25:472-478.
190. Basting RT, Basting RT, Barrientos SVve ark. Titanium tetrafluoride incorporated into a two-step self-etching adhesive system: physico-mechanical characterization and bonding stability. *J Mech Behav Biomed Mater*, 2017; 75:197-205.

191. Ülker M, Özcan M, Şengün Ave ark. Effect of artificial aging regimens on the performance of self-etching adhesives. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2010; 93:175-184.
192. Xie C, Han Y, Zhao X-Yve ark. Microtensile bond strength of one-and two-step self-etching adhesives on sclerotic dentin: the effects of thermocycling. *Oper Dent*, 2010; 35:547-555.
193. Stookey GK. The Featherstone laboratory pH cycling model: a prospective, multi-site validation exercise. *Am J Dent*, 2011; 24:322.
194. Pirmoradian M, Esmailzadeh S, Davaie Sve ark. Resistance to demineralisation of adjacent enamel and dentine, fluoride release and dentine bond strength of fluoride-containing self-etch adhesive systems. *J Clin Exp Dent*, 2020; 12:e381.
195. Deng D, Yang H, Guo Jve ark. Effects of different artificial ageing methods on the degradation of adhesive–dentine interfaces. *j Dent*, 2014; 42:1577-1585.
196. Perdigao J, Saulo G. Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel. *J Esthet Restor Dent*, 2003; 15:32-42.
197. Cochinski G, Wendlinger M, Kaizer Eve ark. Does the absence of HEMA in universal adhesive systems containing MDP affect the bonding properties to enamel and dentine? A one-year evaluation. *Int J Adhes Adhes*, 2024; 132:103656.
198. de Siqueira FSF, Wendlinger M, Araújo LCRve ark. Bonding performance of universal adhesives to eroded dentine: A 6-year evaluation. *j Dent*, 2023; 136:104633.
199. Armstrong S, Breschi L, Özcan Mve ark. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS) approach. *Dent Mater*, 2017; 33:133-143.
200. El-Deeb H, Al Sherbiney H, Mobarak E. Bond durability of adhesives containing modified-monomer with/without-fluoride after aging in artificial saliva and under intrapulpal pressure simulation. *Oper Dent*, 2013; 38:48-56.
201. Mazzitelli C, Monticelli F, Osorio Rve ark. Effect of simulated pulpal pressure on self-adhesive cements bonding to dentin. *Dent Mater*, 2008; 24:1156-1163.
202. Söderholm K-J. Correlation of in vivo and in vitro performance of adhesive restorative materials: a report of the ASC MD156 Task Group on Test Methods for the Adhesion of Restorative Materials. *Dent Mater*, 1991; 7:74-83.
203. Rueggeberg F. Substrate for adhesion testing to tooth structure—Review of the literature: A report of the ASC MD156 Task Group on Test methods for the adhesion of

restorative materials Accredited standards committee MD156 for dental materials and devices. *Dent Mater*, 1991; 7:2-10.

204. Wang Y, Spencer P, Walker MP. Chemical profile of adhesive/caries-affected dentin interfaces using Raman microspectroscopy. *J Biomed Mater Res A*, 2007; 81:279-286.

205. K D Jørgensen KI, E C Munksgaard, E Asmussen. Composite wall-to-wall polymerization contraction in dentin cavities treated with various bonding agents. *Scand J Dent Res*, 1985; 93:276-279.

206. Øilo G, Olsson S. Tensile bond strength of dentin adhesives: a comparison of materials and methods. *Dent Mater*, 1990; 6:138-144.

207. O'Brien III J, Retief D, Bradley Eve ark. Shear bond strength of a new dentin bonding restorative system. *Dent Mater*, 1988; 4:179-183.

208. Kamel F, Retief D, Mandras Rve ark. Laboratory study of the Herculite XR system. *Am J Dent*, 1990; 3:271-277.

209. Gross JD, Retief DH, Bradley EL. Microleakage of posterior composite restorations. *Dent Mater*, 1985; 1:7-10.

210. Barkmeier WW, Cooky RL. Resin adhesive systems: in vitro evaluation of dentin bond strength and marginal microleakage. *J Esthet Dent*, 1989; 1:67-72.

211. Davis E, Joynt R, Wieczkowski Jr Gve ark. Bond durability between dentinal bonding agents and tooth structure. *J Prosthet Dent*, 1989; 62:253-256.

212. Swift Jr E, Hansen S, Bailey S. Effects of the XR bonding system on microleakage. *Am J Dent*, 1990; 3:143-146.

213. Reinhardt J, Chan D, Boyer D. Shear strengths of ten commercial dentin bonding agents. *Dent Mater*, 1987; 3:43-45.

214. Ogata M, Harada N, Yamaguchi Sve ark. Effects of different burs on dentin bond strengths of self-etching primer bonding systems. *Oper Dent*, 2001; 26:375-382.

215. Ahmed MH, Yoshihara K, Mercelis Bve ark. Quick bonding using a universal adhesive. *Clin Oral Investig*, 2020; 24:2837-2851.

216. Perdigão J. Dentin bonding—Variables related to the clinical situation and the substrate treatment. *Dent Mater*, 2010; 26:e24-e37.

217. Saikaew P, Sattabanasuk V, Harnirattisai Cve ark. Role of the smear layer in adhesive dentistry and the clinical applications to improve bonding performance. *Jpn Dent Sci Rev*, 2022; 58:59-66.

218. Kenshima S, Francci C, Reis Ave ark. Conditioning effect on dentin, resin tags and hybrid layer of different acidity self-etch adhesives applied to thick and thin smear layer. *J Dent*, 2006; 34:775-783.
219. Hansen EK. After-polymerization of visible light activated resins: surface hardness vs. light source. *Scand J Dent Res*, 1983; 91:406-410.
220. Watts D, Amer O, Combe E. Surface hardness development in light-cured composites. *Dent Mater*, 1987; 3:265-269.
221. Pilo R, Cardash H. Post-irradiation polymerization of different anterior and posterior visible light-activated resin composites. *Dent Mater*, 1992; 8:299-304.
222. Roeder L, Pereira PN, Yamamoto Tve ark. Spotlight on bond strength testing—Unraveling the complexities. *Dent Mater*, 2011; 27:1197-1203.
223. D H Pashley HS, B Ciucchi, M Yoshiyama, R M Carvalho. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dent Mater*, 1995; 11:117-125.
224. Soares C, Soares P, Santos-Filho Pve ark. Microtensile specimen attachment and shape—finite element analysis. *J Dent Res*, 2008; 87:89-93.
225. Bouillaguet S, Ciucchi B, Jacoby Tve ark. Bonding characteristics to dentin walls of class II cavities, in vitro. *Dent Mater*, 2001; 17:316-321.
226. Morresi AL, D'Amario M, Capogreco Mve ark. Thermal cycling for restorative materials: does a standardized protocol exist in laboratory testing? A literature review. *J Mech Behav Biomed Mater*, 2014; 29:295-308.
227. Cengiz T, Ünal M. Comparison of microtensile bond strength and resin–dentin interfaces of two self-adhesive flowable composite resins by using different universal adhesives: Scanning electron microscope study. *Microsc Res Tech*, 2019; 82:1032-1040.
228. Cayo-Rojas CF, Hernández-Caba KK, Aliaga-Mariñas ASve ark. Microleakage in class II restorations of two bulk fill resin composites and a conventional nanohybrid resin composite: An in vitro study at 10,000 thermocycles. *BMC Oral Health*, 2021; 21:619.
229. Sinche-Ccahuana I, Ladera-Castañeda M, Paucar-Rodríguez Eve ark. Microleakage in indirect onlay restorations cemented with three different types of adhesives: An in vitro study. *J Clin Exp Dent*, 2023; 15:e641.
230. Chadwick R, McCabe J, Walls Ave ark. The effect of storage media upon the surface microhardness and abrasion resistance of three composites. *Dent Mater*, 1990; 6:123-128.
231. F Gao SM, M Ohta, J Zhang. Erosion process of light-cured and conventional glass ionomer cements in citrate buffer solution. *Dent Mater J*, 1997; 16:170-179,225.

232. Lavis J, Peters T, Makinson Ove ark. Changes to Dyract restorative resin immersed in various media. *Am J Dent*, 1997; 10:133-136.
233. Staninec M, Giles WS, Saiku JMve ark. Caries penetration and cement thickness of three luting agents. *Int J Prosthodont*, 1988; 1.
234. Featherstone J. Fluoride, remineralization and root caries. *Am J Dent*, 1994; 7:271-274.
235. Hong X, Huang Z, Tong Zve ark. Clinical effects of different etching modes for universal adhesives: a systematic review and meta-analysis. *Ann Palliat Med*, 2021; 10:5462473-5465473.
236. Perdigão J, Ceballos L, Giráldez Ive ark. Effect of a hydrophobic bonding resin on the 36-month performance of a universal adhesive—a randomized clinical trial. *Clin Oral Investig*, 2020; 24:765-776.
237. Josic U, Maravic T, Mazzitelli Cve ark. Is clinical behavior of composite restorations placed in non-cariou cervical lesions influenced by the application mode of universal adhesives? A systematic review and meta-analysis. *Dent Mater*, 2021; 37:e503-e521.
238. Chen H, Feng S, Jin Yve ark. Comparison of bond strength of universal adhesives using different etching modes: A systematic review and meta-analysis. *Dent Mater J*, 2022; 41:1-10.
239. Da Rosa WLDO, Piva E, da Silva AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *j Dent*, 2015; 43:765-776.
240. Muñoz MA, Luque I, Hass Vve ark. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *j Dent*, 2013; 41:404-411.
241. Wagner A, Wendler M, Petschelt Ave ark. Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *j Dent*, 2014; 42:800-807.
242. Hasegawa M, Tichy A, Hosaka Kve ark. Degree of conversion and dentin bond strength of light-cured multi-mode adhesives pretreated or mixed with sulfinate agents. *Dent Mater J*, 2021; 40:877-884.
243. Cavalcanti KG, Pulido C, Moreira PHve ark. Effect of irradiance and exposure time on the adhesive properties of universal adhesives after 2 years of storage. *Clin Oral Investig*, 2023; 27:5223-5232.
244. Hardan L, Bourgi R, Kharouf Nve ark. Bond strength of universal adhesives to dentin: A systematic review and meta-analysis. *Polymers (Basel)*, 2021; 13:814.

245. Saikaew P, Matsumoto M, Chowdhury Ave ark. Does shortened application time affect long-term bond strength of universal adhesives to dentin? *Oper Dent*, 2018; 43:549-558.
246. Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems: I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater*, 2001; 17:296-308.
247. Oliveira SS, Pugach MK, Hilton JFve ark. The influence of the dentin smear layer on adhesion: a self-etching primer vs. a total-etch system. *Dent Mater*, 2003; 19:758-767.
248. Sattabanasuk V, Vachiramon V, Qian Fve ark. Resin–dentin bond strength as related to different surface preparation methods. *j Dent*, 2007; 35:467-475.
249. Brackett MG, Li N, Brackett WWve ark. The critical barrier to progress in dentine bonding with the etch-and-rinse technique. *j Dent*, 2011; 39:238-248.
250. Torii Y, Itou K, Nishitani Yve ark. Effect of phosphoric acid etching prior to self-etching primer application on adhesion of resin composite to enamel and dentin. *Am J Dent*, 2002; 15:305-308.
251. Breschi L, Maravic T, Cunha SRve ark. Dentin bonding systems: From dentin collagen structure to bond preservation and clinical applications. *Dent Mater*, 2018; 34:78-96.
252. Maciel Pires P, Dávila-Sánchez A, Faus-Matoses Vve ark. Bonding performance and ultramorphology of the resin-dentine interface of contemporary universal adhesives. *Clin Oral Investig*, 2022; 26:4391-4405.
253. Huang X-q, Pucci CR, Luo Tve ark. No-waiting dentine self-etch concept—Merit or hype. *j Dent*, 2017; 62:54-63.
254. Carvalho GLM, Moreira PM, Carneiro BTve ark. Impact of active vs. passive application of dental adhesives on bond strength to dentin and enamel: A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *Jpn Dent Sci Rev*, 2025; 61:90-102.
255. Spencer P, Wang Y. Adhesive phase separation at the dentin interface under wet bonding conditions. *J Biomed Mater Res A*, 2002; 62:447-456.
256. Saeed NA, Tichy A. Effect of Surface Moisture on Bur-cut Dentin on Bonding of HEMA-free and HEMA-containing Universal Adhesives with or without Methacrylamide Monomer. *J Adhes Dent*, 2021; 23.
257. Tichy A, Hosaka K, Abdou Ave ark. Degree of conversion contributes to dentin bonding durability of contemporary universal adhesives. *Oper Dent*, 2020; 45:556-566.
258. Saeed NA, Tichy A, Shimada Y. Bonding of universal adhesives to bur-cut dentin: Effect of double application and dentin moisture level. *Dent Mater J*, 2022; 41:724-730.

259. Taschner M, Nato F, Mazzoni A *et al*. Influence of preliminary etching on the stability of bonds created by one-step self-etch bonding systems. *Eur J Oral Sci*, 2012; 120:239-248.
260. Loguercio AD, Muñoz MA, Luque-Martinez I *et al*. Does active application of universal adhesives to enamel in self-etch mode improve their performance? *J Dent*, 2015; 43:1060-1070.
261. Moritake N, Takamizawa T, Ishii R *et al*. Effect of active application on bond durability of universal adhesives. *Oper Dent*, 2019; 44:188-199.
262. Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N *et al*. Self-assembled nano-layering at the adhesive interface. *J Dent Res*, 2012; 91:376-381.
263. Irmak Ö, Yaman BC, Orhan EO *et al*. Effect of rubbing force magnitude on bond strength of universal adhesives applied in self-etch mode. *Dent Mater J*, 2018; 37:139-145.
264. De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I *et al*. Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Am J Dent*, 2003; 16:414-420.
265. Dos Santos PA, Garcia PPNS, Palma-Dibb RG. Shear bond strength of adhesive systems to enamel and dentin. Thermocycling influence. *J Mater Sci Mater Med*, 2005; 16:727-732.
266. Price RB, Dérand T, Andreou P *et al*. The effect of two configuration factors, time, and thermal cycling on resin to dentin bond strengths. *Biomaterials*, 2003; 24:1013-1021.
267. Helvatjoglou-Antoniades M, Koliniotou-Kubia E, Dionyssopoulos P. The effect of thermal cycling on the bovine dentine shear bond strength of current adhesive systems. *J Oral Rehabil*, 2004; 31:911-917.
268. Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y *et al*. Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res*, 2005; 84:1160-1164.
269. Nikaido T, Kunzelmann K-H, Chen H *et al*. Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin. *Dent Mater*, 2002; 18:269-275.
270. El-Deeb HA, Daifalla LE, Badran OI *et al*. Bond Strength Durability of Different Adhesives to Dentin After Aging in Two Different Solutions. *J Adhes Dent*, 2016; 18.
271. Leloup G, D'Hoore W, Bouter D *et al*. Concise review biomaterials & bioengineering: Meta-analytical review of factors involved in dentin adherence. *J Dent Res*, 2001; 80:1605-1614.

272. Jafarnia S, Meymand JZ, Zandkarimi Fve ark. Comparative evaluation of microtensile bond strength of three adhesive systems. *Front Dent*, 2022; 19:8.
273. Tian F-c, Wang X-y, Huang Qve ark. Effect of nanolayering of calcium salts of phosphoric acid ester monomers on the durability of resin-dentin bonds. *Acta Biomater*, 2016; 38:190-200.
274. Hiraishi N, Tochio N, Kigawa Tve ark. Monomer-collagen interactions studied by saturation transfer difference NMR. *J Dent Res*, 2013; 92:284-288.
275. Jin X, Han F, Wang Qve ark. The roles of 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate and its calcium salt in preserving the adhesive–dentin hybrid layer. *Dent Mater*, 2022; 38:1194-1205.
276. Van Landuyt K, Yoshida Y, Hirata Ive ark. Influence of the chemical structure of functional monomers on their adhesive performance. *J Dent Res*, 2008; 87:757-761.
277. Chen L, Suh BI. Effect of hydrophilicity on the compatibility between a dual-curing resin cement and one-bottle simplified adhesives. *J Adhes Dent*, 2013; 15.
278. Han F, Jin X, Yuan Xve ark. Interactions of two phosphate ester monomers with hydroxyapatite and collagen fibers and their contributions to dentine bond performance. *j Dent*, 2022; 122:104159.
279. Kitahara S, Shimizu S, Takagaki Tve ark. Dentin bonding durability of four different recently introduced self-etch adhesives. *Materials (Basel)*, 2024; 17:4296.
280. Saikaew P, Fu J, Chowdhury AAve ark. Effect of air-blowing time and long-term storage on bond strength of universal adhesives to dentin. *Clin Oral Investig*, 2019; 23:2629-2635.
281. Hidari T, Takamizawa T, Imai Ave ark. Role of the functional monomer 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate in dentin bond durability of universal adhesives in etch-&-rinse mode. *Dent Mater J*, 2020; 39:616-623.
282. Kuno Y, Hosaka K, Nakajima Mve ark. Incorporation of a hydrophilic amide monomer into a one-step self-etch adhesive to increase dentin bond strength: Effect of application time. *Dent Mater J*, 2019; 38:892-899.
283. Hanabusa M, Yoshihara K, Yoshida Yve ark. Interference of functional monomers with polymerization efficiency of adhesives. *Eur J Oral Sci*, 2016; 124:204-209.
284. Alshali RZ, Silikas N, Satterthwaite JD. Degree of conversion of bulk-fill compared to conventional resin-composites at two time intervals. *Dent Mater*, 2013; 29:e213-e217.

285. Mohamad D, Young R, Mann Ave ark. Post-polymerization of dental resin composite evaluated with nanoindentation and micro-Raman spectroscopy. *Arch Orofac Sci*, 2007; 2:26-31.
286. Pashley DH, Tay FR, Breschi Lve ark. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater*, 2011; 27:1-16.
287. Hirokane E, Takamizawa T, Kasahara Yve ark. Effect of double-layer application on the early enamel bond strength of universal adhesives. *Clin Oral Investig*, 2021; 25:907-921.
288. Yokoyama M, Takamizawa T, Tamura Tve ark. Influence of Different Application Methods on the Bonding Effectiveness of Universal Adhesives to Dentin in the Early Phase. *J Adhes Dent*, 2021; 23.
289. Torii Y, Itota T, Okamoto Mve ark. Inhibition of artificial secondary caries in root by fluoride-releasing restorative materials. *Oper Dent*, 2001; 26:36-43.
290. Damen J, Buijs M, Ten Cate J. Fluoride-Dependent Formation of Mineralized Layers in Bovine Dentin during Demineralization in vitro. *Caries Res*, 1998; 32:435-440.
291. White D, Nelson D, Faller R. Mode of action of fluoride: application of new techniques and test methods to the examination of the mechanism of action of topical fluoride. *Adv Dent Res*, 1994; 8:166-174.
292. Shinohara MS, Mario F, Schneider LFJve ark. Fluoride-containing adhesive: durability on dentin bonding. *Dent Mater*, 2009; 25:1383-1391.
293. Asmussen E, Peutzfeldt A. Long-term fluoride release from a glass ionomer cement, a compomer, and from experimental resin composites. *Acta Odontol Scand*, 2002; 60:93-97.
294. Tsuchiya S, Nikaido T, Sonoda Hve ark. Ultrastructure of the dentin-adhesive interface after acid-base challenge. *J Adhes Dent*, 2004; 6.
295. Inoue G, Nikaido T, Foxton RMve ark. The acid-base resistant zone in three dentin bonding systems. *Dent Mater J*, 2009; 28:717-721.
296. Li N, Nikaido T, Takagaki Tve ark. The role of functional monomers in bonding to enamel: Acid-base resistant zone and bonding performance. *j Dent*, 2010; 38:722-730.
297. Waidyasekera K, Nikaido T, Weerasinghe DSve ark. Reinforcement of dentin in self-etch adhesive technology: a new concept. *j Dent*, 2009; 37:604-609.
298. Ichikawa C, Nikaido T, Inoue Gve ark. Ultramorphological evaluation of the dentin acid-base resistant zone of two-step self-etching systems after long-term storage in water. *J Adhes Dent*, 2012; 14:207.

299. Peris AR, Mitsui FH, Lobo MMve ark. Adhesive systems and secondary caries formation: Assessment of dentin bond strength, caries lesions depth and fluoride release. *Dent Mater*, 2007; 23:308-316.
300. Taha AA, Patel MP, Hill RGve ark. The effect of bioactive glasses on enamel remineralization: A systematic review. *j Dent*, 2017; 67:9-17.
301. Salz U, Bock T. Testing adhesion of direct restoratives to dental hard tissue-a review. *J Adhes Dent*, 2010; 12.
302. Ghassemieh E. Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. *Dent Mater*, 2008; 24:536-547.
303. Betamar N, Cardew G, Van Noort R. Influence of specimen designs on the microtensile bond strength to dentin. *J Adhes Dent*, 2007; 9.
304. Pinto CF, Vermelho PM, Aguiar TRve ark. Enamel and dentin bond strength, interfacial ultramorphology and fluoride ion release of self-etching adhesives during a pH-cycling regime. *J Adhes Dent*, 2015; 17:27-34.
305. Costa AR, Correr-Sobrinho L, Ambrosano GMBve ark. Dentin bond strength of a fluoride-releasing adhesive system submitted to pH-cycling. *Braz Dent J*, 2014; 25:472-478.
306. Yuan X, Wang Q, Zhao Qve ark. Inhibition of matrix metalloproteinase-9 by 10-MDP and its calcium salt contributes to improved dentin-bonding durability. *Int J Adhes Adhes*, 2023; 120:103302.
307. Tezvergil-Mutluay A, Mutluay M, Seseogullari-Dirihan Rve ark. Effect of phosphoric acid on the degradation of human dentin matrix. *J Dent Res*, 2013; 92:87-91.
308. Scholz KJ, Federlin M, Hiller K-Ave ark. EDX-analysis of fluoride precipitation on human enamel. *Sci Rep*, 2019; 9:13442.
309. Nigam AG, Jaiswal J, Murthy Rve ark. Estimation of fluoride release from various dental materials in different media—an in vitro study. *Int J Clin Pediatr Dent*, 2009; 2:1.
310. Kato M, Bolanho A, Zarella Bve ark. Sodium fluoride inhibits MMP-2 and MMP-9. *J Dent Res*, 2014; 93:74-77.
311. Karantakis P, Helvatjoglou-Antoniades M, Theodoridou-Pahini Sve ark. Fluoride release from three glass ionomers, a compomer, and a composite resin in water, artificial saliva, and lactic acid. *Oper Dent*, 2000; 25:20-25.
312. De Moor RJ, Verbeeck RM. Effect of acetic acid on the fluoride release profiles of restorative glass ionomer cements. *Dent Mater*, 1998; 14:261-268.

313. Vieira A, De Souza I, Modesto A. Fluoride uptake and release by composites and glass ionomers in a high caries challenge situation. *Am J Dent*, 1999; 12:14-18.
314. D'Alessandro C, Mancuso E, Mazzitelli Cve ark. Comparisons of ammonia-and water-based silver-containing solutions on dentin bonding and enzymatic activity: 1-yr evaluation. *Dent Mater*, 2024; 40:777-788.
315. Koizumi H, Hamama HH, Burrow MF. Effect of a silver diamine fluoride and potassium iodide-based desensitizing and cavity cleaning agent on bond strength to dentine. *Int J Adhes*, 2016; 68:54-61.
316. Sezinando A, Perdigão J, Ceballos L. Long-term In Vitro Adhesion of Polyalkenoate-based Adhesives to Dentin. *J Adhes Dent*, 2017; 19.
317. Marchesi G, Frassetto A, Mazzoni Ave ark. Adhesive performance of a multi-mode adhesive system: 1-year in vitro study. *j Dent*, 2014; 42:603-612.
318. Lezaja Zebic M, Dzeletovic B, Miletic V. Microtensile bond strength of universal adhesives to flat versus Class I cavity dentin with pulpal pressure simulation. *J Esthet Restor Dent*, 2018; 30:240-248.
319. Manfroi FB, Marcondes ML, Somacal DCve ark. Bond strength of a novel one bottle multi-mode adhesive to human dentin after six months of storage. *Open Dent J*, 2016; 10:268.
320. Hatırlı H, Yerliyurt K. Effect of clinically relevant Smear layers and pH of Universal adhesives on dentin bond strength and durability. *J Adhes Dent*, 2022; 24:b2838121.
321. Hashimoto M, Tay FR, Sano Hve ark. Diffusion-induced water movement within resin–dentin bonds during bonding. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2006; 79:453-458.
322. 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:e78-e93.
323. Roulet J-F. Statistics: nuisance-tool-necessity? *J Adhes Dent*, 2013; 15.
324. Mine A, De Munck J, Cardoso MVve ark. Bonding effectiveness of two contemporary self-etch adhesives to enamel and dentin. *j Dent*, 2009; 37:872-883.
325. Zander-Grande C, Loguercio AD, Stanislawczuk Rve ark. The effect of 6-month water storage on the bond strength of self-etch adhesives bonded to dentin. *Am J Dent*, 2011; 24:239.
326. Ñaupari-Villasante R, Gutiérrez MF, de Paris Matos Tve ark. Four-year effects of copper-nanoparticles on durability of resin-dentin interfaces. *Int J Adhes*, 2022; 119:103253.

327. Hass V, Dobrovolski M, Zander-Grande Cve ark. Correlation between degree of conversion, resin–dentin bond strength and nanoleakage of simplified etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater*, 2013; 29:921-928.
328. Cadenaro M, Maravic T, Comba Ave ark. The role of polymerization in adhesive dentistry. *Dent Mater*, 2019; 35:e1-e22.
329. Oguri M, Yoshida Y, Yoshihara Kve ark. Effects of functional monomers and photo-initiators on the degree of conversion of a dental adhesive. *Acta Biomater*, 2012; 8:1928-1934.
330. Kelić K, Peroš K, Šutej Ive ark. Fluoride-Releasing Restorative Materials: The Effect of a Resinous Coat on Ion Release. *Acta Stomatol Croat*, 2020; 54.
331. Cadenaro M, Breschi L, Rueggeberg FAve ark. Effects of residual ethanol on the rate and degree of conversion of five experimental resins. *Dent Mater*, 2009; 25:621-628.
332. Jacobsen T, Söderholm K-J. Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater*, 1995; 11:132-136.
333. Paul S, Leach M, Rueggeberg Fve ark. Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. *j Dent*, 1999; 27:209-214.
334. Ito S, Hashimoto M, Wadgaonkar Bve ark. Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. *Biomaterials*, 2005; 26:6449-6459.
335. Hosaka K, Tagami J, Nishitani Yve ark. Effect of wet vs. dry testing on the mechanical properties of hydrophilic self-etching primer polymers. *Eur J Oral Sci*, 2007; 115:239-245.
336. Collares FM, Ogliari FA, Zanchi CHve ark. Influence of 2-hydroxyethyl methacrylate concentration on polymer network of adhesive resin. *J Adhes Dent*, 2011; 13:125-129.

EKLER

EK-1. Öz Geçmiş

Kişisel Bilgiler	
Adı Soyadı	: Mehtap KABA
Eğitim	
Lise	: Pendik Lisesi (2007)
Lisans	: Karadeniz Teknik Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi (2008-2013)
Uzmanlık	: Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi, Restoratif Diş Tedavisi Anabilim Dalı (2022-2025)
Yabancı Dil Bilgisi	
İngilizce	

EK-2. Etik Kurul Onay Formu



T.C.
RECEP TAYYİP ERDOĞAN ÜNİVERSİTESİ
Girişimsel Olmayan Klinik Araştırmalar Etik Kurul Başkanlığı

Sayı : E-40465587-050.01.04-1329
Konu : Etik Kurul

22.01.2025

Sayın Prof. Dr. Muhammet KARADAŞ

Üniversitemiz Girişimsel Olmayan Klinik Araştırmalar Etik Kuruluna yapmış olduğunuz “**Flor içeren universal adezivlerin dentine bağlanma stabilitesinin değerlendirilmesi**” isimli başvurunuz etik kurulumuz yönergesine göre 16.01.2025 tarihinde yapmış olduğu toplantıda incelenmiş olup, 2025/20karar numarası ile bilimsel ve etik yönden uygun bulunmuştur.
Bilgilerinizi ve gereğini saygılarımla rica ederim.

Doç. Dr. Tahsin Gökhan TELATAR
Başkan

Bu belge, güvenli elektronik imza ile imzalanmıştır.

Belge Doğrulama Kodu : 59abd7a2f8df

Belge Takip Adresi: <http://ebys.erdogan.edu.tr/EBYS/eimzadogrulama>

Zihni Derin Yerleşkesi 53100 Merkez-RİZE
Telefon No: (0 464) 223 61 26 Faks No: (0 464) 223 53 76
e-Posta: Internet.Adresi: www.erdogan.edu.tr
Kep Adresi:

Bilgi için: Burak HANKAYA
Bilgisayar İşletmeni
Telefon No:



EK-3. İntihal Raporu

intihal.docx

ORJİNALLIK RAPORU

%9

BENZERLİK ENDEKSİ

%5

İNTERNET KAYNAKLARI

%4

YAYINLAR

%3

ÖĞRENCİ ÖDEVLERİ

BİRİNCİL KAYNAKLAR

1

Submitted to Recep Tayyip Erdogan University

Öğrenci Ödevi

%2

2

acikbilim.yok.gov.tr

İnternet Kaynağı

%2

3

dergipark.org.tr

İnternet Kaynağı

<%1

4

Ayaz, Fatma. "Farklı konfigürasyon faktörü Ve derinliği Olan Kaviteelerde akışkan Kompozit Rezinlerin Dentine bağlanma dayanımlarının İncelenmesi", Marmara Üniversitesi (Turkey), 2021

Yayın

<%1

5

Yıldırım, Zeynep Beyza. "Gümüş eklenmiş çeşitli simanların antibakteriyel etkinliklerinin ve materyal bağlanma dayanımının invitro olarak incelenmesi", Bezmialem Vakıf University (Turkey)

Yayın

<%1

6

AKIN, E,Gülşah, HERGÜNER SISO, Şeyda and AKIN, Hakan. "Termal siklus ve suda bekletmenin kendinden asitli adezivlerin dentine mikrogirilim bağlanma dayanımları üzerine etkileri", Atatürk Üniversitesi, 2012.

Yayın

<%1

7

Gülay Çakır. "Farklı yüzey pürüzlendirme yöntemleri ile hazırlanan monolitik zirkonyanın titanyum alaşım ile olan

<%1