



DÜŞÜK POLİMERİZASYON BÜZÜLMESİ GÖSTEREN MODERN KOMPOZİTLER İLE METAKRİLAT ESASLI REZİN KOMPOZİTİN KONVERSİYON ORANLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

DEGREE OF CONVERSION OF NOVEL LOW-SHRINKING COMPOSITES AND METHACRYLATE-BASED RESIN COMPOSITE

Yrd. Doç. Dr. Çağatay BARUTCİGİL*
Yrd. Doç. Dr. Hacer TURGUT***

Yrd. Doç. Dr. Fuat AHMETOĞLU**
Arş. Gör. Dt. Burak DAYI***

Yrd. Doç. Dr. Muhammet YALÇIN***

Makale Kodu/Article code: 1277

Makale Gönderilme tarihi: 28.08.2013

Kabul Tarihi: 03.10.2013

ÖZET

Amaç: Bu *in-vitro* çalışmanın amacı üç farklı rezin kompozitin konversiyon oranlarının belirlenmesidir.

Gereç ve Yöntem: Bu çalışmada üç farklı rezin kompozit değerlendirildi; bir geleneksel metakrilat esaslı kompozit (Premise, Kerr, Orange, CA, ABD), bir siloran esaslı kompozit (Filtek Silorane, 3M ESPE, St.Paul. MN, ABD) ve yeni bir düşük polimerizasyon özelliğine sahip kompozit (GC Kalore, GC Europe, Leuven, Belçika). Kompozit örneklerinin konversiyon oranlarının ölçümleri bir FTIR spektroskopisi (Perkin Elmer Spectrum One, MA, ABD) ile yapıldı. Tüm kompozit rezin örnekleri için FTIR ölçümleri, örnekler polimerize edilmeden önce ve örnekler polimerize edildikten sonra gerçekleştirildi.

Bulgular: Siloran esaslı kompozit Filtek Siloran (%58,60), istatistiksel olarak anlamlı bir şekilde Premise (%44,65) ve Kalore'den (%44,53) daha yüksek konversiyon oranı gösterdi.

Sonuç: Resin kompozitlerin konversiyon oranı monomer yapılarına bağlı olarak değişebilmektedir ve siloran esaslı kompozitler daha iyi polimerize olabilmektedir.

Anahtar Kelimeler: Konversiyon oranı, düşük polimerizasyon büzülmesine sahip kompozitler, FTIR

ABSTRACT

Purpose: The purpose of this *in-vitro* study was to determine the degree of conversion of three different composite materials.

Material and Methods: In this study three composite materials were analyzed; a traditional methacrylate-based composite (Premise, Kerr, Orange, CA, USA), a silorane-based composite (Filtek Silorane, 3M ESPE, St.Paul. MN, USA) and a novel low-shrinking composite (GC Kalore, GC Europe, Leuven, Belgium). Degree of conversion was measured on the composite with FTIR spectroscopy (Perkin Elmer Spectrum One, MA, USA). FTIR analyses were performed at the pre-polymerization and post-polymerization stages of tested materials.

Results: The silorane-based novel composite resin Filtek Silorane (58,60%) showed significantly higher conversion degree when compared to Premise (44,65%) and Kalore (44,53%).

Conclusion: The conversion degree of resin composite might depend on monomer structure and siloran-based composite polymerized better than other tested composites.

Keywords: Degree of conversion, Low-shrinking composites, FTIR

GİRİŞ

Resin kompozit ürünlerindeki önemli gelişmelere rağmen resin kompozitler günümüzde, hala yetersiz konversiyon - dönüşüm oranına ve buna bağlı

gelişen sorunlara sahiptirler.¹ Konversiyon oranı, resin kompozit restorasyonların fiziksel ve mekanik özelliklerinin belirlenmesi ve klinik başarısını etkileyen en önemli faktörlerden biridir. Monomerlerin dönüşüm

* Akdeniz Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Restoratif Diş Tedavisi AD, Antalya.

** İnönü Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Endodonti AD, Malatya.

*** İnönü Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Restoratif Diş Tedavisi AD, Malatya.



oranın az olması, sitotoksositeye,² sertliğin azalmasına,³ aşınmanın, marjinal bozulmaların⁴ ve mikrosızıntının artmasına ve sonuç olarak ikincil çürükler ve pulpal iritasyonlara sebep olabilir.⁵

Günümüzde yaygın olarak kullanılan rezin kompozitlerin çoğu metakrilatlardan oluşmaktadır. Metakrilat esaslı kompozitlerin sertleşme sürecinde hacimsel olarak %2 ile %6 arasında büzülme gösterdikleri bildirilmiştir.^{6, 7} Düşük konversiyon oranı ile ortaya çıkan sorunlara ek olarak özellikle metakrilat monomerlerde görülen polimerizasyon büzülmesi ve buna bağlı gelişen stresler rezin kompozitlerin en önemli sorunlarının temelini oluşturmaktadır. Bu sebeplerle araştırmalar, monomer kimyasının değiştirilmesine ve polimerizasyon büzülmesinin azaltılmasına odaklanmaktadır.⁸ Bu çalışmalar sonucunda geliştirilen yeni monomerlerden biri, oksiran ve siloksan moleküllerinin reaksiyonu ile sentezlenmiş olan silorandır.⁹ Siloran bazlı kompozitler; hidrofobik yapıları, biyouyumlulukları iyi mekanik özellikleri, polimerizasyon derinlikleri (8,5-10mm) ve düşük polimerizasyon büzülmelerinden dolayı geleneksel metakrilat monomeri içeren kompozitlere alternatif olarak piyasaya sunulmuştur.^{10, 11} Bununla birlikte polimerizasyon büzülmesinin azaltılmasına yönelik olarak yapılan çalışmalardan birisi de kullanılan metakrilat monomerin molekül ağırlığının artırılmasıdır. Temel olarak akışkanlığı ve kıvamı düzenlemek amacıyla kullanılan TEGDMA'nın, molekül ağırlığı (286.3) Bis-GMA'dan (512.6) çok daha düşük olduğu için polimerizasyon büzülmesini arttırdığı bilinmektedir. Son zamanlarda bu düşünce ile UDMA temelinde geliştirilen ve DX-511 ismi verilen yeni monomerin oldukça yüksek bir moleküler kitleye sahip olduğu (895 - Bis-GMA'nın neredeyse 2 katı) ve böylece polimerizasyon büzülmesini azalttığı bildirilmiştir.¹²

Konversiyon oranının belirlenmesi amacıyla termal analizler ve gaz kromatografisi gibi sıklıkla kullanılan birçok yöntem tanımlanmıştır^{13,14}. Bu metotlardan biri olan ve güvenilirliği ve etkinliği yapılmış çalışmalarda birçok kez ortaya konulmuş olan Fourier dönüşümlü kızılötesi spektroskopisi (Fourier transformation infrared spectroscopy - FTIR) 'nin son yıllarda monomerlerin dönüşüm oranının tespit edilmesi amacıyla en yaygın kullanılan yöntem olduğu bilinmektedir.^{13,15}

Siloran monomer yapısına sahip rezin kompozitler ile geleneksel rezin kompozitlerin dönüşüm oranlarının kıyaslandığı birçok çalışma yapılmış olmasına rağmen, yeni DX-511 monomere sahip rezin kompozitleri de kapsayan bir çalışma henüz yapılmamıştır. Bu çalışmanın amacı düşük polimerizasyon büzülmesi miktarına sahip olan modern rezin kompozitler ile geleneksel metakrilat monomer içeren rezin kompozitin monomer dönüşüm oranlarını değerlendirmektir.

GEREÇ VE YÖNTEM

Bu çalışmada farklı kimyasal özelliklere sahip ışıkla sertleşen restoratif üç rezin kompozit materyal kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan materyaller ve özellikleri Tablo 1'de gösterilmiştir. Çalışmada bir geleneksel metakrilat monomer matristen oluşan kompozit rezin (Premise, Kerr, Orange, CA, ABD), bir siloran monomerden oluşan rezin kompozit (Filtek Siloran, 3M ESPE, St.Paul, MN, ABD) ve bir yeni Dupont Monomerden oluşan ve Bis-GMA içermeyen rezin kompozit (GC Kalore, GC Europe, Leuven, Belçika) kullanılmıştır.

Tablo 1. Çalışmada kullanılan rezin kompozitler ve içerikleri

Kompozit	İçerik			Üretici
	Organik Matris	Doldurucu	Doldurucu ağırlığı	
Premise	Bis-EMA, TEGDMA	Prepolymerized filler, Barium glass, Silica filler	%84	Kerr, Orange, CA, ABD
Filtek Siloran	Siloranes	Kuartz, yttrium fluoride	%76	3M ESPE, St.Paul, MN, ABD
GC Kalore	UDMA, Dupont Monomer (DX-511 co-monomers) Dimethacrylate	Fluoroaluminosilicate glass, Strontium glass, Pre-polymerized filler, Silicon dioxide	%82	GC Europe, Leuven, Belçika

Rezin kompozit örnekleri (her grup için 3'er örnek) standart büyüklükteki (8 mm çapında x 3 mm kalınlığında) bir politetraflorometilen (Teflon) kalıp içerisine yerleştirilmiştir. Kalıbın alt ve üst yüzeylerinde şeffaf bantlar yerleştirilmiş ve konversiyon oranının tespit edilebilmesi için henüz sertleştirilmemiş örneklerin absorban pikleri FTIR cihazında (Perkin Elmer Spectrum One, MA, ABD) transmisyon modunda



elde edilmiştir. Daha sonra tüm kompozit örnekleri bir LED (Elipar S10, 3M ESPE, St.Paul, MN, ABD) ışık cihazı kullanılarak üreticilerinin önerdikleri süreler doğrultusunda polimerize edilmiştir. Tabakalama tekniğine göre hazırlanan kompozit örnekleri 20'şer sn. ışıklanarak polimerize edilmiştir. Sertleştirilmiş kompozit örneklerinin polimerizasyon sonrası absorban pikleri FTIR cihazı ile yansıma modunda, kompozit örnekleri bir havan ve tokmak kullanılarak toz haline getirildikten sonra kaydedilmiştir.

Konversiyon oranının tespit edilebilmesi için 4000 - 400 cm⁻¹ spektrum aralığı FTIR cihazı ile kaydedilmiştir. Monomer dönüşüm oranları daha önce belirlenmiş olan temel formül kullanılarak belirlenmiştir¹⁶. Daha önce belirlenmiş olan bu formülün temel olarak alınmasıyla Premise örneklerinde monomer dönüşüm oranının belirlenmesi için C=C karbon çift bağlarının gerilim titreşimi (1637 cm⁻¹) aromatik absorban piki, C-C bağlarının gerilim titreşimi (1609 cm⁻¹) alifatik absorban piki olarak tespit edilmiş ve aşağıdaki formüle göre konversiyon oranı hesaplanmıştır.

Konversiyon Oranı (Premise):

$$1- \frac{(C=C) / (C-C)_{ps}}{(C=C) / (C-C)_{p0}} \times 100$$

Benzer temel formüle dayanarak, Filtek Siloran için aromatik absorban pik olarak C-O-C (883 cm⁻¹), referans alifatik absorban piki olarak ise Si-CH₃ (694 cm⁻¹) belirlenmiş ve şu formüle göre konversiyon oranı elde edilmiştir.

Konversiyon Oranı (Filtek Siloran):

$$1- \frac{(C-O-C) / (Si-CH_3)_{ps}}{(C-O-C) / (Si-CH_3)_{p0}} \times 100$$

GC Kalore'nin konversiyon oranını belirleyebilmek için ise C=C karbon çift bağlarının gerilim titreşimi (1637 cm⁻¹) aromatik absorbsiyon piki olarak, N-H bağlarının gerilim titreşimi (1537 cm⁻¹) ise alifatik absorban piki olarak tespit edilmiş ve aşağıdaki formüle göre konversiyon oranı hesaplanmıştır.

Konversiyon Oranı (GC Kalore):

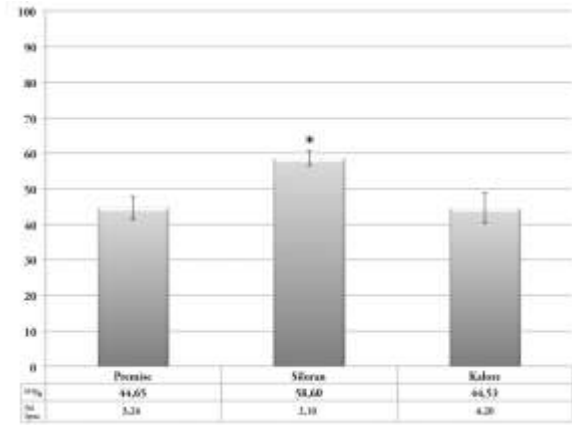
$$1- \frac{(C=C) / (N-H)_{ps}}{(C=C) / (N-H)_{p0}} \times 100$$

Elde edilen verilerin istatistiksel değerlendirmeleri tek yönlü varyans analizleri (ANOVA) ve Tukey

HSD çoklu karşılaştırma testleri ile uygun yazılımlar (SPSS v20 for MAC) kullanılarak yapılmıştır. (p<0.05).

BULGULAR

Elde edilen konversiyon oranlarının ortalamaları istatistiksel farklılıklar Şekil 1'de gösterilmiştir. Filtek Siloran en yüksek konversiyon oranını (%58,60) göstermiştir. Premise ve GC Kalore örneklerinde konversiyon oranları birbirlerine çok yakın bulunmuştur (Sırasıyla %44,65 ve %44,53). Yapılan tek yönlü varyans analizi ve Tukey HSD testinin sonuçlarına göre Filtek Siloran örneklerinin istatistiksel olarak anlamlı şekilde diğer gruplardan farklı olduğu belirlenmiştir (p<0.05).



Şekil 1. Konversiyon oranı değerleri (*: İstatistiksel farkı göstermektedir p<0.05)

TARTIŞMA

Bu çalışmada rezin kompozitlerin rengi, kalınlığı ve büyüklükleri gibi homojen ve maksimum polimerizasyon sağlanmasını etkileyebilecek tüm faktörler mümkün olduğunca standardize edilmiştir. Bu sayede elde edilen konversiyon oranlarının tamamen materyalin yapısına bağlı olarak ortaya çıkabilmesi sağlanmıştır. Monomerlerin dönüşüm oranının belirlenebilmesi için farklı rezin matris, farklı doldurucu partikül ve oranlarına sahip rezin kompozitler kullanılmıştır. Çalışmada, rezin kompozitlerin monomer dönüşüm oranının niceliksel olarak analiz edilmesinde güvenilirliği daha önceki çalışmalarda gösterilmiş olan FTIR yöntemi kullanılmıştır.

Yetersiz polimerizasyon, rezin kompozit restorasyonların optimal fiziksel ve mekanik performanslarının elde edilmesinde belirleyici faktörlerden biri olmaktadır¹⁷. Daha önce yapılmış çalışmalarda dimetakrilat monomerlerin, geleneksel polimerizasyon yöntemleri ile sertleştirildiklerinde %55 - 75 oranında konversiyon oranına sahip oldukları ve önemli miktarda artık monomer ortaya çıkardıkları gösterilmiştir^{1, 18}. Bu çalışmada organik matrisinin önemli bir kısmı geleneksel metakrilat monomer yapısına sahip Premise'in konversiyon oranı %44,65 olarak bulunmuştur. Benzer şekilde Kusgoz ve arkadaşları¹⁹ metakrilat monomer içeren kompozitlerin dönüşüm oranını %45,2 ile %68,3 aralığında bulmuşlardır. Frauscher ve Ilie²⁰ ise çalışmalarında Premise'in konversiyon oranının polimerizasyon süresinin arttırılmasına bağlı olarak arttığını ve 20 sn. ışıklama sonunda %58,46 olduğunu bildirmişlerdir. Bununla birlikte araştırmacılar çalışmalarında UDMA'nın türevi olan bir başka yeni tip monomere sahip kompoziti de (Venus Diamond, Heraeus Kulzer, Almanya) değerlendirmişler ve konversiyon oranını 20 sn. ışıklamada %49,37 olarak bildirmişlerdir.

Metakrilat içerikli monomerlerin konversiyon oranının belirlenmesinde alifatik C=C çift bağlarının kullanıldığı; ancak siloran içerikli kompozitlerin C=C bağları içermemesinden dolayı siloranın polimerizasyon derecesinin epoksi zincirlerinin C-O-C- bağlarına dönüşüm yüzdesi ile hesaplanabileceği bildirilmiştir.¹⁹ Bu çalışmada da siloran içerikli rezin kompozitin dönüşüm oranının belirlenmesinde referans absorban pik olarak C-O-C- kullanılmıştır ve %58,6 oranında konversiyon gösterdiği belirlenmiştir. Bu sonuçlara paralel olarak deneysel bir siloran kompozitin ortalama %50,2 konversiyon gösterdiği ortaya konmuştur.⁹ Papadogiannis ve arkadaşları²¹ çalışmalarında bu çalışmaya paralel olarak Filtek Siloran'ın (%55,28), Premise'den (%33,35) daha fazla konversiyon oranı gösterdiğini belirtmişlerdir. Bu çalışmada da benzer şekilde Filtek Siloran, Premise'den daha fazla konversiyon oranına sahip bulunmuştur.

Polimerizasyon büzülmesinin konversiyon oranı ile etkilendiği belirtilmiştir. Polimerizasyon sırasında C=C çift bağlarına dönüşen C-C miktarı sayısı arttıkça konversiyon oranı ve bu monomerlerin polimere dönüşürken büzülmesine bağlı gelişen polimerizasyon büzülmesi de artmaktadır.^{22, 23} Bu çalışmada da buna paralel olarak, metakrilat esaslı kompozitler için geçerli

olan bu durum karşısında üretilmiş olan açık zincirli katyonik reaksiyon ile yüksek polimerizasyon dönüşümü gösteren Filtek Siloran'ın istatistiksel olarak anlamlı şekilde diğer kompozitlerden daha yüksek konversiyon oranına sahip olduğu belirlenmiştir. Bununla birlikte Naoum ve arkadaşları¹² çalışmalarında Filtek Siloran ve GC Kalore'nin polimerizasyon büzülmesi miktarlarını metakrilat monomerler ile karşılaştırmışlar ve bu yeni "büzülmeyen" kompozitlerin önemli miktarda daha az büzülme gösterdiklerini bulmuşlardır. Ancak şimdiki çalışmada elde edilen veriler GC Kalore'nin büzülmesinin az olmasına rağmen konversiyon oranının geleneksel metakrilat monomerlerden farklı olmadığını göstermektedir. Bunun sebebi olarak GC Kalore'nin monomer yapısında bulunan geleneksel bileşenler (UDMA, dimetakrilatlar) gösterilebilir.

SONUÇ

Bu çalışmanın sınırları içerisinde konversiyon oranının rezin kompozitlerin monomer yapısına bağlı olarak değişebildiği ve siloran yapının daha fazla polimerize olduğu sonucu çıkmaktadır.

KAYNAKLAR

1. Tarle Z, Meniga A, Knezevic A, Sutalo J, Ristic M, Pichler G. Composite conversion and temperature rise using a conventional, plasma arc, and an experimental blue LED curing unit. J Oral Rehabil. 2002;29:662-7.
2. Caughman WF, Caughman GB, Shiflett RA, Rueggeberg F, Schuster GS. Correlation of cytotoxicity, filler loading and curing time of dental composites. Biomaterials. 1991;12:737-40.
3. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. Dent Mater 1985;1:11-4.
4. Ferracane JL, Mitchem JC, Condon JR, Todd R. Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure. J Dent Res. 1997;76:1508-16.
5. Inoue K, Hayashi I. Residual monomer (Bis-GMA) of composite resins. J Oral Rehabil. 1982;9:493-7.
6. Weinmann W, Thalacker C, Guggenberger R. Siloranes in dental composites. Dent Mater 2005;21:68-74.



7. Labella R, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Vanherle G. Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives. *Dent Mater* 1999;15:128-37.
8. Ilie N, Hickel R. Silorane-based dental composite: behavior and abilities. *Dent Mater J* 2006;25:445-54.
9. Palin WM, Fleming GJ, Nathwani H, Burke FJ, Randall RC. In vitro cuspal deflection and microleakage of maxillary premolars restored with novel low-shrink dental composites. *Dent Mater* 2005;21:324-35.
10. Guggenberger R, Weinmann W. Exploring beyond methacrylates. *Am J Dent* 2000;13(Spec No):82D-4D.
11. Gökçe K, Özel E. Kompozit restorasyonlarda son gelişmeler. *Atatürk Üniv. Diş Hek. Fak. Dergisi* 2005;15:52-60.
12. Naoum SJ, Ellakwa A, Morgan L, White K, Martin FE, Lee IB. Polymerization profile analysis of resin composite dental restorative materials in real time. *J Dent*. 2012;40:64-70.
13. Imazato S, McCabe JF, Tarumi H, Ehara A, Ebisu S. Degree of conversion of composites measured by DTA and FTIR. *Dent Mater* 2001;17:178-83.
14. Michelsen VB, Lygre H, Skalevik R, Tveit AB, Solheim E. Identification of organic eluates from four polymer-based dental filling materials. *Eur J Oral Sci* 2003;111:263-71.
15. Wendl B, Droschl H, Kern W. A comparative study of polymerization lamps to determine the degree of cure of composites using infrared spectroscopy. *Eur J Orthodont*. 2004;26:545-51.
16. Davidson CL, Degee AJ, Feilzer A. The Competition between the Composite-Dentin Bond Strength and the Polymerization Contraction Stress. *J Dent Res* 1984;63:1396-9.
17. Yoon TH, Lee YK, Lim BS, Kim CW. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. *J Oral Rehabil*. 2002;29:1165-73.
18. Knezevic A, Tarle Z, Meniga A, Sutalo J, Pichler G, Ristic M. Degree of conversion and temperature rise during polymerization of composite resin samples with blue diodes. *J Oral Rehabil*. 2001;28:586-91.
19. Kusgoz A, Ulker M, Yesilyurt C, Yoldas OH, Ozil M, Tanriver M. Silorane-Based Composite: Depth of Cure, Surface Hardness, Degree of Conversion, and Cervical Microleakage in Class II Cavities. *J Esthet Restor Dent*. 2011;23:324-35.
20. Frauscher KE, Ilie N. Degree of conversion of nano-hybrid resin-based composites with novel and conventional matrix formulation. *Clin Oral Invest*. 2013;17:635-42.
21. Papadogiannis D, Kakaboura A, Palaghias G, Eliades G. Setting characteristics and cavity adaptation of low-shrinking resin composites. *Dent Mater* 2009;25:1509-16.
22. Silikas N, Eliades G, Watts DC. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. *Dent Mater* 2000;16:292-6.
23. Sakaguchi RL, Berge HX. Reduced light energy density decreases post-gel contraction while maintaining degree of conversion in composites. *J Dent*. 1998;26:695-700.

Yazışma Adresi:

Yrd. Doç. Dr. Çağatay BARUTCİGİL
Akdeniz Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi
Restoratif Diş Tedavisi Anabilim Dalı
07058/Antalya - Türkiye
Tel: 905334286233
Faks: 902423106967
Email: cbarutcigil@akdeniz.edu.tr

