

## ADEZİVLERİN DİŞ DOKUSUNA OLAN BAĞLANTI DAYANIKLILIĞININ DEĞERLENDİRİLMESİNDE KULLANILAN İN VİTRO TEST METOTLARI

### THE IN VITRO TEST METHODS TO EVALUATE THE BONDING EFFECTIVENESS OF ADHESIVES TO TOOTH STRUCTURE

Dt. Pelin KARASU\*

Prof.Dr. Atilla SERTGÖZ\*\*

**Makale Kodu/Article code:** 658  
**Makale Gönderilme tarihi:** 19.09.2011  
**Kabul Tarihi:** 14.10.2011

#### ÖZET

Farklı klinik uygulamaları olan yeni nesil adezivlerin bağlantı etkinliği, kullanım amacından bağımsız olarak oldukça iyidir, fakat uzun dönemde materyalin kullanımına bağlı olarak bazı adezivlerin bağlantı etkinliği diğerlerine oranla belirgin derecede azalır.

Oral ortam, adezivlerin bu davranışlarının tahmin edilmesinde karmaşıklığı ve değişkenliği açısından mükemmel bir test ortamı olmasına rağmen in vitro yaşlandırma yöntemleri ve test metotları da bağlantı dayanıklılığının ana mekanizması hakkında bilgi sağlanması açısından oldukça etkilidir.

Bu derleme, yaşlandırılmış ya da yaşlandırılmamış örnekler üzerine uygulanan makro ve mikro test metotlarını ve bu metotlar ile elde edilen sonuçları etkileyen faktörleri değerlendirmektedir.

Yapılan bu değerlendirmeye in vitro test metotları ile elde edilen veriler adeziv-diş bağlantısının dayanıklılığının ön görülmesini mümkün kılarsa da bu verilerin karşılaştırılabilmesi için yüklem şekillerinin, örneklerin, çapraz kafa hızının, örnek dizaynlarının ve test düzeneklerinin standardizasyonunun sağlanmasının gerekli olduğu sonucuna varılmıştır.

**Anahtar kelimeler:** Çekme Testleri, Makaslama Testleri, Bağlanma, Makro Bağlanma Dayanıklılığı Testleri, Mikro Bağlanma Dayanıklılığı Testleri

#### ABSTRACT

Regardless of the approach used, the immediate bonding effectiveness of contemporary adhesives, which have different clinical use, are quite favourable. However, in long term, the bonding effectiveness of some adhesives drops more quickly than other adhesives depending on the aging of material.

Even though oral media can be an excellent test media to predict behaviors of adhesives because of its complexity and unsteadiness, in vitro aging procedures and testing methods also enables us to inform about the main mechanism of bonding durability.

This review evaluates the macro and micro test methods applied on the aging and non aging samples and factors which change the result of these tests.

Although the data resulting from in vitro test methods enables us to predict the durability of bonding between adhesive and tooth, to compare the data of different researches, standardization of types of load being applied, substrate, cross head speed, sample design and test devices should be provided according to this review.

**Keywords:** Tensile Tests, Shear Tests, Adhesion, Macro Bond Strength Tests, Micro Bond Strength Tests

#### GİRİŞ

ISO 11405 (2003)'de bağlantı direncinin ölçülmesinde kullanılan in vitro test metotları olarak çekme ve makaslama testlerini gösterilmiştir. Çekme ve makaslama testleri, restorasyonların ağız ortamında

maruz kalacakları olası gerilmeleri taklit ederek materyalin direncini araştırmaya yönelik testlerdir<sup>1</sup>. Çekme testlerinde bağlantı diş dokusuna 90°'lik bir açı ile seyreden kuvvet yardımı ile test edilir. Makaslama testlerinde ise bağlantı, diş dokusuna paralel bir kuvvet yardımı ile bozulmaktadır<sup>2</sup>.

\* Marmara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi ABD

\*\* Marmara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi ABD



90'ların ortalarına kadar makaslama bağlanma ve çekme bağlanma dayanıklılığı testleri genellikle 3-6 mm çapında geniş bağlanma yüzeyleri olan örneklerde gerçekleştirilmiştir. Buna 'makro' makaslama ve çekme testleri denmiştir<sup>3</sup>. Fakat ortalama stres altında gözlenen bağlanma dayanıklılığının geçerliliğinin, bağlanma ara yüzündeki stres dağılımının farklılıkları nedeni ile şüpheli olduğu bildirilmiştir<sup>4</sup>. Bu sınırlamaların üstesinden gelmek için yeni teknik ihtiyacı, araştırmacıları daha küçük bağlanma yüzeyleri bulunan örneklerin kullanımına yönlendirmiştir. Buna 'mikro' makaslama ve çekme testleri denmiştir<sup>5</sup>. Yapımının kolay olması, minimal donanım ve örnek hazırlanması ihtiyacı nedeni ile konvansiyonel makaslama ve çekme testleri daha çok tercih edilmiştir. Fakat mikro bağlanma testleri için, makro bağlanma testlerine nazaran daha çok örnek geometrisi ve diğer test değişkenleri ile ilgili bilgi mevcuttur.<sup>6</sup>

Mikro bağlanma testleri artan üüne rağmen, derlemeler konvansiyonel makaslama ve çekme testlerine dayanarak yapılmıştır. Son yıllarda makro testler kullanılarak yayımlanan makalelerin sayısı halen yüksektir ve dental adezyon hakkında birçok mevcut bilgi büyük bağlanma yüzeyleri olan örnekler üzerinde yapılan testlerden elde edilmektedir.<sup>7</sup>

### **Makro Bağlanma Dayanıklılığı Testleri:**

Makro bağlanma dayanıklılığı testlerinde bağlanma bölgesi, kompozit tipi, yük uygulamada kullanılan alet tipi, çapraz kafa hızı ve örnek gibi bir takım faktörler elde edilen bağlanma dayanıklılığı değerlerini etkilemektedir.<sup>8</sup>

### **Bağlanma Bölgesi**

Dikdörtgen bağlanma yüzeyi bulunan 0,25 ve 11,65 mm<sup>2</sup>'lik örneklerin dentine olan çekme bağlanma dayanıklılığı bağlanma alanı arttıkça azalırken, daire bağlanma yüzeyi olan 1,1-3,1 mm<sup>2</sup>'lik örneklerde artmıştır<sup>9,10</sup>. Bağlanma yüzeyinin başarısızlığı, yüksek çekme streslerine maruz kalan çatlağın kritik boyutlara ulaşması ile oluşur. Bağlanma alanı genişledikçe çatlağın kritik boyutlara ulaşmış olma olasılığı artar ve örneğin bağlanma dayanıklılığını azaltır.<sup>11</sup>

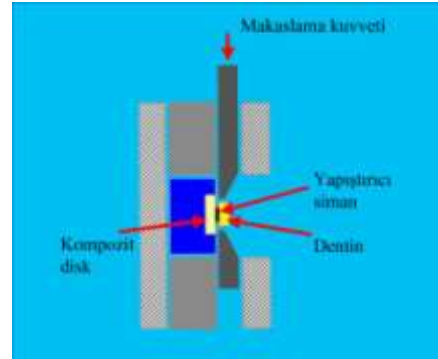
### **1. Kompozit Tipi**

Daha sert kompozitlerin kullanılması bağlanma dayanıklılığı değerlerini anlamlı şekilde artırabilir. Braga ve arkadaşlarının, 3 mm çapında 50µ kalınlığında adeziv ile dentin diskine bağlı 2 mm yüksekliğindeki kompozit silindirin 3 boyutlu modellerinin kullanıldığı

sonlu eleman analizi yapılan bağlanma ara yüzünde stres dağılımına kompozitin elastik modülünün etkisinin incelendiği çalışmada, 16 MPa ortalama yük bağlantı ara yüzüne paralel ve dik bir şekilde uygulanmıştır. Bağlanma yüzeyindeki stres yoğunluğu, kompozitin elastik modülü arttıkça azalmıştır. Bu fark makaslama testinde çekmeye göre daha belirgindir.<sup>7</sup>

### **2. Yük Uygulanırken Kullanılan Alet Tipi**

Ortalama bağlanma dayanıklılığı değerlerinin, bütün bağlanma yüzeyi boyunca düzenli dağılan stresler ile elde edildiğine inanılır. Fakat yükleme alanına yakın bölgelerde ortalama makaslama değerinden daha yüksek değerler oluşur. Yükleme alanında en yüksek değere bıçak-sırtı keski (knife-edge chisel) neden olurken, en iyi stres dağılımı tel-ilmek (wire-loop) ile sağlanmıştır.<sup>12</sup> (Resim 1)



Resim 1. Bağlantının test edilmesinde bıçak-sırtı keskinin (knife-edge chisel) kullanıldığı makaslama test düzeneği

Yükleme noktası ile bağlanma yüzeyi arasındaki mesafe makaslama testinde stres dağılımını etkiler. Placido ve arkadaşlarının 2007 yılında yapmış oldukları çalışmada, yük uygulama uzaklığı 0,05 ile 0,4 mm arasında değişen örneklerin bağlanma ara yüzündeki stres dağılımı incelendiğinde bağlantı ara yüzüne daha yakın mesafelerde yük uygulandığında daha düşük bağlanma dayanıklılığının değerlerinin elde edildiğini bildirmişlerdir<sup>13</sup>.

Çekme testindeki stresler, makaslama testinde olduğundan çok daha homojendir, böylece maksimum birincil stres değerleri ortalama değere çok daha yakındır. Fakat maksimum değerlere en yakın değere maruz kalan alan makaslama testinden daha fazladır.<sup>7</sup>

### **4. Çapraz Kafa Hızı**

Polimerlerin ve kompozitlerin viskoelastik yapısından dolayı bağlanma dayanıklılığı testlerinin ge-

rilim hızına hassas olması beklenir. Yapılan deneyler, kompozitin eğilme dayanıklılığının ve elastik modülünün yüksek gerilim hızında arttığını göstermiştir<sup>14</sup>. Yüksek gerilim hızında polimer zincirleri sertleşmekte ve molekül hareketliği azalmaktadır<sup>15</sup>. ISO 11405 (2003)' de çapraz kafa hızının  $0,75 \pm 0,30$  mm/min arasında değişmediğini bildirmektedir.

### 5. Örnek

Başarısız örneklerin başarısızlık durumlarının sınıflandırılması için kategorilerin tanımlanması oldukça karışık bir iştir. Karışık ve koheziv başarısızlık arasındaki sınır oldukça sübjektiftir. 2007-2009 tarihleri arasında yayımlanan 37 çalışmada, %44 adeziv başarısızlık, %31 karışık başarısızlık ve %25 koheziv başarısızlık görülmüştür.<sup>7</sup>

#### Mikro Bağlanma Dayanıklılığı Testleri

Bağlanma dayanıklılığı testleri, her diş ya da diş yüzeyi tek bir örnek olarak makaslama ya da çekme yüküne maruz bırakılarak yapılır. Son zamanlardaki en yaygın yaklaşım, tek bir diştten elde edilen birden çok test örneğinin makaslama ya da çekme yüküne maruz bırakılmasıdır. Çünkü daha küçük örnekler, tehlikeli boyutlarda defekt varlığı olasılığının daha az olması nedeni ile büyük örneklerden daha güçlüdür.<sup>16</sup>

#### Mikro Bağlanma Dayanıklılığı Testlerinin Avantajları:<sup>4,17</sup>

- Daha fazla adeziv başarısızlık
- Daha az koheziv başarısızlık
- Daha yüksek ara yüz bağlanma direnci ölçümü
- Ortalama değerler ve değişkenlerin tek bir diş için hesaplanması
- Düzensiz yüzeylerin test edilebilmesi
- Daha küçük alanların test edilebilmesi
- Başarısız bağlantıların SEM/TEM ile incelenebilmesi

#### Mikro Bağlanma Dayanıklılığı Testlerinin Dezavantajları:<sup>4,17</sup>

- Emek yoğunluğu ve mekanik ihtiyacın fazla olması
- Çok düşük bağlanma dirençlerinin ölçülmesinin zor olması
- Örneklerin kolaylıkla dehidrate olabilmesi
- Örneklerin kolaylıkla zarar görebilmesi
- Kırılan örneklerin, yapıştırıcı kullanılan aktif kavrama apareylerinden ayrılırken kaybolabilmesi ve zarar görebilmesi
- Özel bir ekipman yardımı olmadan, uygun geometri ve yüzey cilasının oluşturulmasının zor olması
- Örneklerin belirlenmiş test yüzeyleri dışındaki kırıklar, test öncesi başarısızlıkların bildirilmesi ve

testin yapılışı ile ilgili bir fikir birliğinin olmaması

#### Kavrama Apareyleri

Teorik olarak bu aletler test örneğine saf çekme kuvveti uygulama için dizayn edilmiştir. Kavrama apareyleri hem aktif hem de pasif olabilir. Pasif kavrama apareyleri sadece mekanik olarak örneği sabitler. Aktif kavrama apareyleri ise örnekleri hem hızlı sertleşen yapıştırıcı ile hem de mekanik olarak sabitler. Örnek ya da kavrama apareyi nedeni ile anormal yük uygulanırsa bağlantı ara yüzündeki stres dağılımı önemli derecede etkilenir<sup>18</sup>.

Farklı dizaynlarda kavrama apareyleri mevcuttur. Bencor Multi-T kavrama apareyinde, örnekler kavrama apareyine tam uyacak şekilde şekillendirilmiştir ve örnekler kavrama apareyine iki ucu kaplanacak şekilde siyano akrilat jel ile yapıştırılmıştır.<sup>19</sup> Ciucchi kavrama apareyinde ise örnek düz bir yüzeye yapıştırılır ama yapıştırıcı ihtiyacı fazladır.<sup>20</sup> Yapıştırıcı ihtiyacını azaltmak için ortasında örneğin yerleştirileceği bir çentik içeren Geraldeli kavrama apareyi dizayn edilmiştir<sup>21</sup>.

#### Yapıştırıcı Kullanılan Aktif Kavrama Apareylerinin Dezavantajları:<sup>22</sup>

- Yapıştırıcının polimerizasyonu sırasında örneği etkileyen sabit olmayan yükler
- Örnek geometrisine bağlı olarak yük dağılımının etkilenmesi
- Örneklerin yapıştırılması için kurutulmasının gerekmesi
- Yapıştırıcının kuvvet uygulanırken test bölgesine ya da örnek ara yüzüne bulaşabilmesi
- Yapıştırıcının testin tekrar edilmesine ya da örneğin test edilmemesine neden olabilecek yetersiz bağlanma direncine sahip olabilmesi
- Kırıkların, yapıştırıcının içinde ya da test bölgesinin dışında olabilmesi
- Yapıştırıcıların düşük Young Modülü nedeniyle ayrılmadan önce deforme olabilmesi
- Zaman harcayıcı olması
- Örneklerin kaybı ya da zararı olmadan kırık örneklerin apareyden çıkartılmasının zor olması

Yapıştırıcısız pasif kavrama apareyleri, kavrama yüzeyleri ve örneğin kavranan kısmı arasında uniform kontak sağlayan örneğin şekillendirilmesi için ilave donanım gerektirir. Fakat bir takım avantajları da vardır.

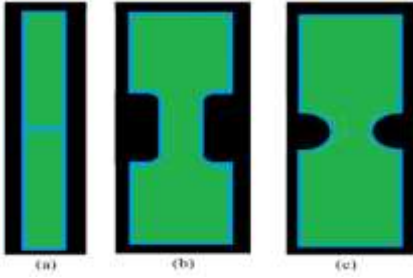


### **Yapıştırıcı Kullanılmayan Pasif Kavrama Apareylerinin Avantajları:<sup>23</sup>**

- Tekrarlanabilir örnek dizilimi
- Yapıştırıcı kullanmaksızın basit manipülasyon
- Örneklerin dehidrate olmaması
- Aktif kavrama metotlarında oluşan yükleme öncesi stres olasılığının olmaması
- 1mm kadar küçük dentin kalınlığının test edilebilmesi

#### **Örnek Geometrisi**

Örneğin geometrisi stresin homojenliği üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Eğer streslerin belli bölgelerde toplanması tamamen engellenemiyorsa en azından minimize edilmelidir. Mikro çekme testleri için ilk örnek dizaynı 1994'de Sano ve arkadaşları tarafından kum saati şeklinde tavsiye edilmiştir.<sup>19</sup> Fakat günümüze kadar birçok örnek dizaynı bildirilmiştir.<sup>22,24,17</sup> (Resim 2)



Resim 2. Bağlantının test edilmesinde kullanılan örnek geometrileri (a) çubuk, (b) halter, (c) kum saati

#### **1.Kum Saati**

Kum saati örneklerin keskin çentiği, yapıştırıcıya yakın bölgedeki adherentlerin istenmeyen kırıklarını engellemek için stresleri adeziv bağlantının ara yüzünün olduğu yere toplamak üzere dizayn edilmiştir. Bu nedenle büyük stres toplanmaları düşük streslerde başarısızlık getirir ki bu da düşük bağlanma direncinin ölçülmesine neden olur. Ghassemieh ve arkadaşları<sup>24</sup> 2008 yılında yapmış oldukları çalışmada, çubuk ve halter şeklindeki örnekler ile karşılaştırıldığında kum saati örneklerde daha düşük bağlanma dayanıklılığı değerlerinin kaydedildiğini bildirilmiştir. Kum saati örneklerin boyun geometrisi dikkatlice analiz edilmelidir, çünkü çentik eğiminin çapı, stresin toplandığı değerler üzerinde çok önemli bir etkiye sahiptir. Ayrıca örnekler preparasyonları sırasında oluşan çatlaklara karşı daha hassastır.<sup>18</sup> Goracci ve arkadaşları<sup>25</sup> 2003 yılında yapmış oldukları çalışmada SEM ile inceledikleri yüklenme-

miş kum saati örneklerin üzerinde, frezin işlem yaptığı bölgede kırık hatları gözlemlenmiştir. Bu kırık hatlarının kum saati şeklindeki mine örneklerinde dentin örneklerinden daha fazla olduğunu ve bu nedenle mine örneklerinde dentin örneklerinden daha düşük bağlanma dayanıklılığı değerlerini gözlemlendiğini bildirmişlerdir.

#### **2. Halter**

Halter şeklindeki örnekler eğimin yarıçapında en yüksek stres toplanması gösterirler. Bu da özellikle rezin-mine bağlantısının test edilmesi sırasında ölçüm yapılmayan alanda başarısızlık oluşmasına neden olabilir. Çünkü mine örnekleri, dentin örnekleri ile karşılaştırıldığında düşük elastik modülü ve kırılabilirliği sebebi ile bağlantı bölgesine aktarılacak olan stresin boyun bölgesinden bağlantı bölgesine aktarmasında yetersiz kalır<sup>26</sup>.

#### **3. Çubuk**

Çubuk şeklindeki örneklerin hem hazırlanması kolaydır hem de dikdörtgen test alanı olan halter şeklindeki örnekler ile karşılaştırıldıklarında benzer bağlanma dirençleri gösterirler.<sup>24</sup>

#### **SONUÇ**

Makro ve mikro bağlanma dayanıklılığı testleri ile biomateriyallerin diş dokusuna olan bağlantı dayanıklılığı ölçülebilir ve bu sayede ağız ortamındaki davranışları tahmin edilebilir. Fakat bu testlerle elde edilen sonuçları da etkileyen birçok faktör vardır ve bu test değişkenleri ile ilgili henüz tam bir standardizasyon sağlanamamıştır. Bu nedenle biyomateriyallerin bağlantı dayanıklılıkları hakkında kesin bir yargıya ulaşılması için uzun dönem klinik kullanımları gerekmektedir.

#### **KAYNAKLAR**

1. Ayaz F, Tagtekin D, Yanıkoglu F. Dentin bonding and evaluation methods A.Ü. Diş. Hek. Fak. Derg. 2011;4(1):49-56
2. Oilo G. Bond strength testing- what does it mean? Int Dent J. 1993;43(5):492-8
3. Van Noort R, Cardew GE, Howard IC, Noroozi S. The effect of local interfacial geometry on the measurement of the tensile bond strength to dentin. J Dent Res 1991;70(5):889-93.
4. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. Dent Mater 1995;11(2):117-25.

5. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994;10(4):236–40.
6. Poitevin A, De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E, Peumans M, Lambrechts P, et al. Critical analysis of the influence of different parameter on the microtensile bond strength of adhesives to dentin. *J Adhes Dent* 2008;10(1):7-16.
7. Roberto R. Braga, Josete B.C. Meira, Leticia C.C. Boaro, Tathy A. Xavier. Adhesion to tooth structure: A critical review of “macro” test methods. *Dent Mater* 2010; 26(2): 38-49
8. Leloup G, D’Hoore W, Bouter D, Degrange M, Vreven J. Meta-analytical review of factors involved in dentin adherence. *J Dent Res* 2001;80(7):1605-14.
9. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994;10(4): 236–40.
10. Phrukkanon S, Burrow MF, Tyas MJ. Effect of cross-sectional surface area on bond strengths between resin and dentin. *Dent Mater* 1998;14(2): 120–8.
11. Irwin GR. Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. *J Appl Mech* 1957;24(1): 361–4.
12. DeHoff PH, Anusavice KJ, Wang Z. Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. *Dent Mater* 1995;11(2):126–31.
13. Placido E, Meira JB, Lima RG, Muench A, de Souza RM, Ballester RY. Shear versus micro-shear bond strength test: a finite element stress analysis. *Dent Mater* 2007;23(9): 1086–92.
14. Thirupukuzhi SV, Sun CT. Models for the strain-rate-dependent behavior of polymer composites. *Compos Sci Technol* 2001;61(1):1–12.
15. Guo Y, Li Y. Quasi-static/dynamic response of SiO<sub>2</sub>-epoxy nanocomposites. *Mater Sci Eng A* 2007;458(1-2):330–5.
16. Kelly JR. Extrapolation from strength: Caveat Emptor. *ADM Trans* 1994;7(1):16–22.
17. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. *J Adhesiv Dent* 1999; 1(4):299–309.
18. Armstrong S, Geraldini S, Maia R, Raposo L, Soares C, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: A critical review of “micro” bond strength test methods. *Dent Mater* 2010;26 (2): 50-62
19. Sano H, Ciucchi B, Matthews WG, Pashley DH. Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. *J Dent Res* 1994; 73(6): 1205–11.
20. Perdigao J, Geraldini S, Carmo A, Dutra H. In vivo influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives. *J Esthet Restor Dent* 2002;14 (1): 31–8.
21. Poitevin A, De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E, Peumans M, Lambrechts P, et al. Influence of three specimen fixation modes on the micro-tensile bond strength of adhesives to dentin. *Dent Mater J* 2007;26(5): 694–9.
22. Soares CJ, Soares PV, Santos-Filho PC, Armstrong SR. Microtensile specimen attachment and shape-finite element analysis. *J Dent Res* 2008;87(1): 89-93.
23. Sattabanasuk V, Vachiramon V, Qian F, Armstrong SR. Resin–dentin bond strength as related to different surface preparation methods. *J Dent* 2007; 35(6): 467–75
24. Ghassemieh E. Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. *Dent Mater* 2008;24(4): 536–47.
25. Neves Ade A, Coutinho E, Cardoso MV, Jacques S, Lambrechts P, Sloten JV, et al. Influence of notch geometry and interface on stress concentration and distribution in micro-tensile bond strength specimens. *J Dent* 2008;36(10): 808–15.
26. Goracci C, Sadek F, Monticelli F, Cardoso P, Ferrari M. Influence of substrate, shape and thickness on microtensile specimens’ structural integrity and their measured bond strengths. *Dent Mater* 2004;20(7): 643-54.

#### Yazışma Adresi

Dt. Pelin Karasu  
Marmara Üniversitesi  
Diş Hekimliği Fakültesi  
Güzelbahçe, Büyükkıftlık Sokak,  
No: 6, 34365, Nişantaşı,  
İstanbul, TÜRKİYE  
Tel: +90 0212 231 91 20  
E-mail: [dtpelinkarasu@hotmail.com](mailto:dtpelinkarasu@hotmail.com)

