T.C.
SELÇUK ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FARKLI HIZLANDIRICILARIN MİNERAL TRİOKSİT AGREGATIN SERTLEŞME SÜRESİ VE FİZİKO-KİMYASAL ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİLERİ

Halenur ONAT

DOKTORA TEZİ

PEDODONTİ ANABİLİM DALI

Danışman

Doç. Dr. Gül TOSUN

KONYA-2013

T.C.
SELÇUK ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FARKLI HIZLANDIRICILARIN MİNERAL TRİOKSİT AGREGATIN SERTLEŞME SÜRESİ VE FİZİKO-KİMYASAL ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİLERİ

Halenur ONAT

DOKTORA TEZİ

PEDODONTİ ANABİLİM DALI

Danışman

Doç. Dr. Gül TOSUN

Bu çalışma Selçuk Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından **12102012** proje numarası ile desteklenmiştir

KONYA-2013

ÖNSÖZ

Doktora eğitimim boyunca bilgi ve deneyimlerini benimle paylaşan, tezimin her aşamasında büyük bir sabır ve titizlikle bana yardımcı olan, her konuda göstermiş olduğu anlayış ve hoşgörüsüyle desteğini hep yanımda hissettiğim, kendisinden mesleki olduğu kadar insani açıdan da çok şey öğrendiğim sevgili danışman hocam Doç. Dr. Gül TOSUN'a,

İlgi ve desteklerini esirgemeyen Pedodonti Anabilim Dalı öğretim üyeleri Prof. Dr. Yağmur ŞENER'e, Prof. Dr. Sibel YILDIRIM'a ve Yrd. Doç. Dr. Murat Selim BOTSALI'ya,

Tez süresince desteğini esirgemeyen çalışkanlığı ve başarılarıyla gurur duyduğum ve örnek aldığım değerli hocam Prof.Dr.Nilgün ÖZTÜRK'e

Doktora tezimin kimya ile ilgili bölümlerinde yol gösterici olan ve tez süresince desteğini esirgemeyen Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi Müdür Yardımcısı Doç. Dr. Mahmut KUŞ'a,

Laboratuar çalışmalarında nezaketi ve yardımseverliğiyle hep yanımızda olan Buket BOZKURT'a

Hayatımı aydınlatan ve değerli bilgileriyle beni yetiştiren çok değerli hocam Prof.Dr.Mehmet DALKIZ'a

Dostluklarını, sevgilerini, samimiyetlerini esirgemeden bu hayatı benim için anlamlı ve güzel kılan çok değerli dostlarım Zeynep YEGİN'e, Özlem AKINCI'ya, Sabiha BULDUK'a, Zehra YILDIRIM'a, Edanur ÖZMEN'e, Elif BİLGİN'e ve adını sayamadığım diğer dostlarıma

Bana her zaman huzur veren, fedakarlıklarını hiçbir zaman esirgemeyen, karşılıksız sevgi ve özverileri ile bu günlere gelmeme vesile olan biricik annem Leyla ONAT'a, babam Hasan ONAT'a, abim Osman Kürşat ONAT'a

Sevgi ve özverisiyle bana her zaman destek olan Ahmet ALTAN'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışma Selçuk Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından 12102012 proje numarası ile desteklenmiştir.

İÇİNDEKİLER

SİMGELER VE KISALTMALAR.....iv
1. GİRİŞ.....1
1.1 Mineral Trioksit Agregat.....1
1.1.1. MTA'nın Kimyasal Yapısı.....2
1.1.2. MTA'nın Sertleşme Mekanizması.....4
MTA'nın Hidratasyonu.....4
MTA'ya Eklenen Hızlandırıcılar.....9
MTA'nın Sertleşme Süresinin Ölçülmesi.....11
1.2. MTA'nın Hazırlanması.....14
1.3. MTA'nın Partikül Büyüklüğü.....15
1.4. MTA'nın Klinik Kullanım Alanları.....16
1.4.1. MTA'nın Vital Pulpa Tedavisinde Kuafaj Materyali Olarak Kullanımı.....17
1.4.2. Apeksifikasyon Sırasında Apikal Bariyer Oluşturmak İçin MTA'nın Kullanımı.....18
1.4.3. MTA'nın Amputasyon Tedavisinde Kullanılması.....18
1.4.4. MTA'nın İyatrojenik Perforasyonların Kanal İçi Tamirinde Kullanımı.....19
1.4.5. Retrograd Dolgu Materyali Olarak MTA Kullanımı.....20
1.4.6. Kanal Tedavili Dişlerde Uygulanan İnternal Ağartmada Bariyer Olarak MTA Kullanımı.....21
1.5. pH ölçme yöntemi ve MTA'nın pH'sının ölçülmesi.....22
1.6. Bağlanma Dayanımının Ölçülmesi ve MTA'nın Diş Dokusuna Bağlanması.....23
1.7. X-Işını Kırınımı Analizi.....25
1.8. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analizi.....27
2. GEREÇ VE YÖNTEM.....28
2.1. Deney Gruplarının Oluşturulması.....28
2.2. MTA Simanlarının Başlangıç ve Final Sertleşme Süresinin Ölçülmesi.....34
2.3. MTA Simanlarının Push-Out Testi İle Kök Dentinine Bağlanma Dayanımın Test Edilmesi.....37
2.3.1.Diş Örneklerinin Hazırlanması.....37
2.3.2 Push-out Test Düzeneğinin Hazırlanması.....38
2.3.3. Kırık Tiplerinin Belirlenmesi.....40
2.4. pH Değerinin Test Edilmesi.....40

2.5. X Işını Kırınım (XRD) Faz Analizi Ölçülmesi 42
2.6. SEM Analizi....44
2.7. İstatiksel Analizi....45
3.BULGULAR....46
3.1. Sertleşme Süresi Bulgular....46
3.1.1. Başlangıç Sertleşme Süresi Bulguları 46
3.1.2. Final Sertleşme Süresi Bulguları....49
3.2. MTA'nın Kök Kanal Dentini ile Bağlanma Dayanımına
Ait Bulguları 51
3.3. pH analizi....54
3.4. X Işını Kırınım Faz Analizi Bulguları 58
3.4.1. Kontrol Grubu XRD Analizi Bulguları 58
3.4.2. % 10 Na_2CO_3 Deney Grubu XRD Analizi Bulguları 59
3.4.3. % 10 $CaCI_2$ Deney Grubu XRD Analizi Bulguları 60
3.4.4. % 15 Na_2HPO_4 Deney Grubu XRD Analizi Bulguları....61
3.4.5. % 23,1 CLG Deney Grubu XRD Analizi Bulguları....62
3.5. SEM Analizi Bulguları 64
3.5.1. Kontrol Grubu SEM Analizi Bulguları 64
3.5.2. % 10 Na_2CO_3 Deney Grubu SEM Analizi Bulguları 65
3.5.3. % 10 $CaCI_2$ Deney Grubu SEM Analizi Bulguları 66
3.5.4. % 15 Na_2HPO_4 Deney Grubu SEM Analizi Bulguları 67
3.5.5. % 23,1 CLG Deney Grubu SEM Analizi Bulguları....68
4. TARTIŞMA....69
5. SONUÇ VE ÖNERiLER....91
6. ÖZET....93
7. SUMMARY....94
8. KAYNAKLAR....95
9. EKLER....105
EK A:Etik kurul kararı
10.ÖZGEÇMİŞ 106

iv. SİMGELER ve KISALTMALAR

MTA: Mineral Trioksit Agregat

IRM: Intermediate Restorative Material

Süper EBA: Super Ethoxy Benzoic Acid (Süper Etoksi Benzoik Asit)

PolyHEMA: Poly2-hidroksietil metakrilat

FDA: Food and Drug Administration

ASTM: American Standards for Testing Materials

ºC: Derece

C: Karbon

O: Oksijen

CaO: Kalsiyum Oksit

Ca_2O_3: Trikalsiyum Oksit

Al_2O_3: Alüminyum Oksit

MgO: Magnezyum Oksit

SiO_2: Silikat

C3S2H3: Kalsiyum Silikat Jel

3CaO.SiO2 (C3S): Trikalsiyum Silikat

2CaO.SiO2 (C2S): Dikalsiyum Silikat

3 CaO.2SiO2: Trikalsiyum Disilikat

$3CaO.Al_2O_3$ (C3A): Trikalsiyum Alüminat

$Ca(OH)_2$: Kalsiyum Hidroksit

C-S-H: Kalsiyum Silika Hidrat

C3A: Kalsiyum Alüminat

C4AF: Tetrakalsiyum Alüminoferrit

Bi_2O_3: Bizmut Oksit

Au: Altın

Pd: Palladyum

ARGE: İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi

H_2O: Su

sa: Saat

dk: Dakika

$CaCl_2$: Kalsiyum klorür

KCl: Potasyum klorit

CHX: Klorheksidin

Na_2HPO_4: Disodyum monohidrojenfosfat

CLG: Kalsiyum Laktat Glukonat

$C_3H_6O_3$: Laktik Asit

CL: Kalsiyum Laktat

$C_6H_{10}O_6$: Gulukondelta Lakton

Na_2CO_3: Sodyum Karbonat

MPa: Megapaskal

NaOCl: Sodyum Hipoklorit

EDTA: Etilendiamin Tetraasetikasit

ADA: Amerikan Diş Hekimleri Birliği

Ca: Kalsiyum

P: Fosfor

mm: Milimetre

pH: Asitlik birimi

BS EN: British Standards Institude

ISO: International Standard Organisation

SEM: Scanning Electron Microscobe (Tarama Yüzey Mikroskobu)

MC: Metil Selüloz

XRD: X Ray Diffractometer (X-Işını Kırınımı)

rpm: Round per minute (Dakika başına tur sayısı)

Ort: Ortalama

SS / Std: Sapma Standard Sapma

Fe: Demir

Mn: Manganez

CN/N: Kalsiyum Nitrir/Nitrat

$SrCO_3$: Stronsiyum karbonat

Kv: Kilovolt

mA: Miliamper

Kα: K-alfa

θ: Teta

1. GİRİŞ

1.1 Mineral Trioksit Agregat

Endodontik tedavi, kök kanal sistemindeki enfekte organik materyallerin uzaklaştırılması için temizleme/şekillendirme yapmayı ve bu sistemi kalıcı olacak şekilde sızıntıya izin vermeyen ideal bir dolgu maddesiyle üç boyutlu olarak doldurmayı hedeflemektedir (Trope ve ark 1999, Ahmetoğlu ve Çolak 2010). Bu tıkaçlama özellikle apikal foramende eksiksiz olmalıdır. İnatçı enfeksiyon varlığı, anatomik varyasyonlar gibi nedenlerden dolayı yapılan endodontik tedavi her zaman başarılı olamayabilmekte ve bu tür durumlarda endodontik cerrahiye gereksinim duyulabilinmektedir (Friedman 1991).

Endodontik cerrahi kök ucunun kesilmesini, bu yüzeyde kavite hazırlanmasını ve kaviteye retrograd dolgu yerleştirilmesini içermektedir (Torabinejad ve Pitt Ford 1996). Endodontik cerrahi uygulanmış bir dişin prognozunu, cerrahi operasyonun kalitesinden ziyade, retrograd kavitenin sıkı ve sızdırmaz bir şekilde tıkaçlanması belirlemektedir (Stabholz ve ark 1985, Ahmetoğlu ve Çolak 2010). Diş hekimliğinde geçmişten günümüze kadar retrograd dolgu materyali olarak çeşitli maddeler kullanılmıştır. Bu materyaller; amalgam, kompozit, cam iyonomer siman, çinko oksit öjenol, IRM, Super EBA, gutta-perka, altın yaprak, titanyum vidalar, kavit, polikarboksilat siman, polyHEMA ve MTA (Mineral Trioksit Agregat)'tır (Torabinejad ve ark 1994, Ahmetoğlu ve Çolak 2010).

Son zamana kadar yaygın olarak kullanılan kök ucu dolgu materyallerinin başında amalgam gelmekteydi (Dorn ve Gartner 1990). Amalgamın tercih edilme sebeplerinin arasında ucuz olması, kolay elde edilebilmesi, kolaylıkla uygulanabilmesi gibi özellikler sayılabilmektedir (Tronstad ve ark 1983, Ahmetoğlu ve Çolak 2010). Bunun yanında dokulara civa salması, korozyona uğraması, dokularda renk değişikliğine neden olması, dişe mekanik tutunması, boyutsal olarak stabil olmaması, köklerde mikro çatlaklar oluşturması gibi birçok olumsuz özelliğinden dolayı kullanımı azalmıştır (Gartner ve Dorn 1992). Diğer kök ucu dolgu maddeleri (kompozit, cam iyonomer siman, çinko oksit öjenol, IRM, Super EBA, gutta-perka, titanyum vidalar, kavit, polikarboksilat siman, polyHEMA) de vital dokularla tam uyumlu olmaması, enfekte kök kanalından irritanların periradiküler alana sızmasını engelleyememesi, periradiküler dokuların

rejenerasyonunu tetikleyememesi gibi nedenlerden dolayı tercih edilmemiştir (Torabinejad ve Pitt Ford 1996).

İdeal kök ucu dolgu maddesi arayışları devam etmiş ve Torabinejad 90'lı yıllarda kök ucu dolgu materyali olarak Mineral Trioksit Agregat (MTA)'yı dişhekimliği alanına sunmuştur. MTA'nın 1998 yılından FDA (Food and Drug Administration) tarafından onaylanmasıyla, hem cerrahi hem de cerrahi olmayan klinik uygulamalarla tüm dünyada kullanılmaya başlanmıştır (Lee ve ark 1993, Torabinejad ve ark 1995, Schwartz ve ark 1999).

1.1.1. MTA'nın Kimyasal Yapısı

MTA tozu nem varlığında sertleşen hidrofilik partiküller içeren gri renkli bir tozdur. MTA; American Standards for Testing Materials (ASTM) tarafından radyoopasiteyi sağlamak amacıyla 4:1 oranında bizmut oksit eklenmiş tip-1 Portland simanı (PS) kategorisinde yer almaktadır (Torabinejad ve ark 1995). Materyalin ana bileşeni olan Portland simanı; trikalsiyum silikat ($3CaO{\cdot}SiO_2$), dikalsiyum silikat ($2CaO{\cdot}SiO_2$), trikalsiyum alüminat ($3CaO{\cdot}Al_2O_3$), trikalsiyum oksit (Ca_2O_3), silikat oksit (SiO_2), alüminoferrit ($4CaO{\cdot}Al_2O_3{\cdot}Fe_2O_3$) ve alçıtaşı ($CaSO_4{\cdot}4H_2O$) ana bileşenlerinden oluşmaktadır (Asgary ve ark 2004) .

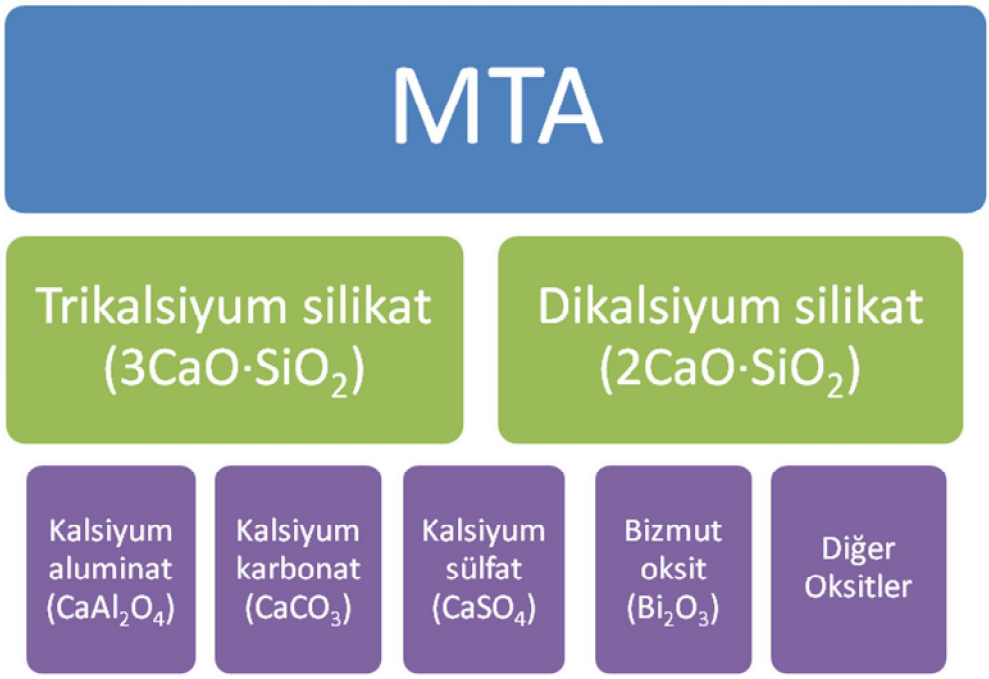
Portland siman, içeriğindeki işlenmemiş materyallerin yüksek ısı altında kısmi füzyonu sayesinde oluşmaktadır. Bu işlem 400 ile 600ºC arasında kireç taşının dekarbonizasyonunu, 800 ile 1200ºC arasında $2CaO{\cdot}SiO_2$, $3CaO{\cdot}Al_2O_3$ ve trikalsiyum alüminoferrit ($4CaO{\cdot}Al_2O_3{\cdot}Fe_2O_3$) oluşumunu ve 1400ºC sıcaklıkta $3CaO{\cdot}SiO_2$ oluşumunu kapsamaktadır (Lee ve ark 1993).

MTA ile Portland simanının temel kimyasal kompozisyonunun benzer olduğu rapor edilmiştir (Asgary ve ark 2005, Camilleri 2008). MTA patentli bir ürün olduğundan dolayı içeriği tam olarak açıklanmasa da çeşitli yöntemlerle (X ışınlı enerji dağılım analizi, indüktif eşleşmiş plazma-optik emisyon spektroskopisi, X ışınlı kırılım analizi, X ışını floresans analizi, taramalı elektron mikroskobu) içeriği ve yapısı analiz edilmiştir (Parirokh ve Torabinejad 2010).

MTA'nın içeriği trikalsiyum silikat ($3CaO{\cdot}SiO_2$), dikalsiyum silikat ($2CaO{\cdot}SiO_2$), kalsiyum karbonat ($CaCO_3$), kalsiyum sülfat ($CaSO_4$) ve kalsiyum alüminat ($CaAl_2O_4$) olarak açıklanmıştır (Dominguez ve ark 2003). MTA'nın radyoopasitesini sağlamak amacıyla, bizmut oksit (Bi_2O_3) eklenmiştir. Ayrıca

içerdiği diğer mineral oksitler (SiO_2, CaO, MgO) sayesinde, fiziksel ve kimyasal özellikleri geliştirilmiştir (Camilleri ve ark 2005).

MTA'nın tozu su ile karıştırıldığında iki ana yapı ortaya çıkmaktadır; bunlardan birisi % 87 kalsiyum, % 2.47 silika ve gerisi oksijenden oluşan kristaller, diğer kısmı ise; % 33 kalsiyum, % 49 fosfat, % 2 karbon, % 3 klorit ve % 6 silikadan oluşan amorf yapıdır (Torabinejad ve ark 1995, Dominguez ve ark 2003) (Şekil 1.1).



Şekil 1.1. MTA'nın bileşenleri.

MTA'nın gri ve beyaz olmak üzere iki formu vardır. Gri MTA'nın ön dişlerde istenmeyen renklenmelere neden olmasından dolayı beyaz MTA üretilmiştir. Yapılan çalışmalar, beyaz renkli MTA'da gri renkli olan MTA'dan farklı olarak tetrakalsiyum aluminoferrit'in ($4CaO·Al_2O_3·Fe_2O_3$) bulunmadığını göstermiştir (Parirokh ve Torabinejad 2010). Yukarıda bahsedilen demir bağlayıcı mineralin bulunmaması alaşıma beyaz rengi sağlamaktadır (Kayahan ve ark 2009).

Her iki tip MTA'da ağırlık açısından yaklaşık olarak % 75 Portland çimentosu, % 20 bizmut oksit ve % 5 alçı taşından oluşmaktadır (Ferris ve Baumgartner 2004). Beyaz MTA, gri MTA'ya göre daha küçük çaplı partiküllere sahiptir (Rao ve Shenoy 2009).

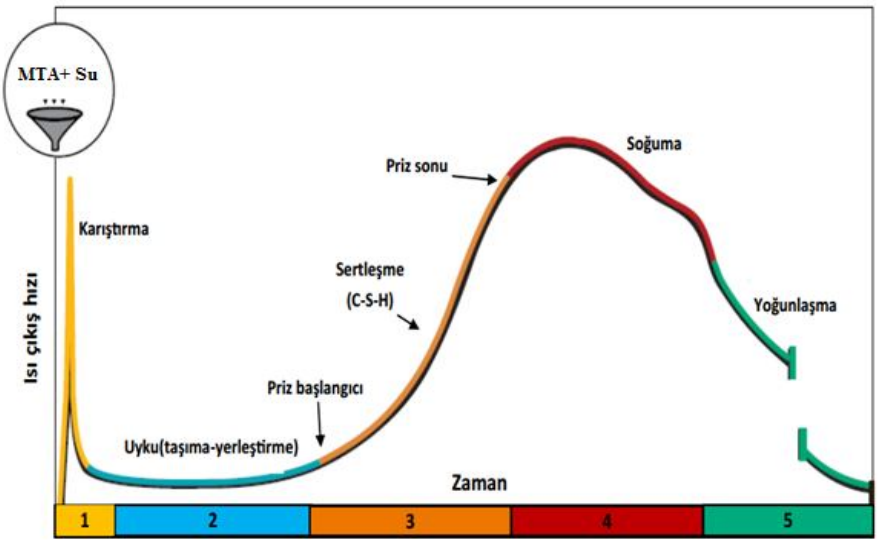
1.1.2. MTA'nın Sertleşme Mekanizması

İnce hidrofilik partiküller içeren MTA tozunun suyla temas etmesiyle birlikte sertleşme reaksiyonu başlamaktadır (Storm ve ark 2008).

MTA'nın Hidratasyonu

Hidrofilik simanın sertleşmesini sağlayan kimyasal reaksiyona "hidratasyon" denmektedir (Kosmatka ve ark 2002). MTA simanı içerisindeki bileşenler kısmi olarak su içerisinde çözünmektedir. Çözünen bileşenler değişik hızlarda ve oranlarda reaksiyona girmekte, reaksiyon sırasında ısı açığa çıkmakta ve yeni ürünler meydana gelmektedir. Oluşan yeni ürünler MTA simanının sertleşmesini ve içeriğindeki bileşenlerin birbirine daha iyi bağlanmasını sağlamaktadır (Kosmatka ve ark 2002a).

Hidratasyon reaksiyonu; karıştırma süreci, uyku süreci, sertleşme (priz) süreci, soğuma süreci, ve yoğunlaşma süreci olmak üzere farklı basamaklara ayrılmaktadır (Kosmatka ve ark 2006a) (Şekil 1.2).



Şekil 1.2. Hidratasyon basamakları (Kosmatka ve ark 2006).

Hidratasyon reaksiyonun daha iyi anlaşılabilmesi için bu süreçte etkili bileşenlerin özellikleri bilinmelidir. MTA'nın yapısında bulunan kalsiyum silikatlar (C3S,C2S), kalsiyum alüminatlar (C3A, C4AF) ve kalsiyum sülfat (CS2H) hidratasyon reaksiyonunu doğrudan etkilemektedir (Kosmatka ve ark 2006).

Silikatlar:

Silisyum dioksit (SiO_2) ve kalsiyum oksit (CaO)'in birleşmesiyle silikatlar oluşmaktadır (Kosmatka ve ark 2002a).

***Trikalsiyum silikat – Alit (C3S):**

MTA simanının hacminin yaklaşık % 55'ini oluşturur. Simanının hızlı bir şekilde nemlenmesini ve katılaşmasını sağlar. Başlangıç sertleşmesinden ve erken dayanımdan büyük ölçüde sorumlu tutulmaktadır (Kosmatka ve ark 2002a).

***Dikalsiyum silikat – Belit (C2S):**

MTA simanının hacminin yaklaşık % 20'sini oluşturur. Simanın yavaş bir şekilde nemlenmesini ve katılaşmasını sağlamaktadır. Büyük ölçüde geç dayanımdan sorumlu tutulmaktadır (Kosmatka ve ark 2002a).

Alüminatlar:

***Tetrakalsiyum alüminat – Alüminit (C3A)**

Alümina, kalsiyum oksitle birleşerek trikalsiyum alüminat (C3A) ve demir oksitle birleşerek tetrakalsiyum alüminoferrit (C4AF) oluşturmaktadır. Alüminatlar simanın yaklaşık olarak % 20'sini oluşturmaktadır. Hidratasyon sırasında C3A çok hızlı tepkimeye girmekte ve sülfata (CS2H) karşı direnç göstermektedir (Kosmatka ve ark 2002a).

*** Tetrakalsiyum alüminoferrit – Ferrit (C4AF)**

Simanın sertleşmesi sırasında meydana gelen ısı artışını dengelemekte, oluşan ısının düşmesini sağlamaktadır. Ayrıca içerisindeki demir bileşenlerinden dolayı renklenmeye neden olmaktadır (Kosmatka ve ark 2002a).

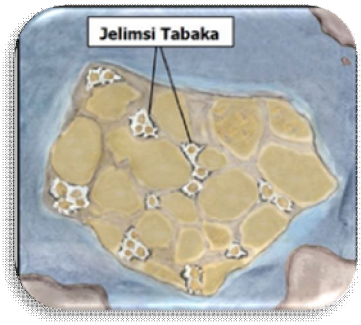
Kalsiyum Sülfat :

Sertleşme reaksiyonuna hızlı bir şekilde giren C3A'nın etkisini kontrol altına almakta ve reaksiyon hızını düşürmektedir. Simanın içerisinde sülfat (CS2H) bulunmadığı zaman sertleşme çok hızlı bir şekilde gerçekleşmektedir. Ayrıca CS2H başlangıç sertleşmesini, erken dayanım artışını kontrol altına almaktadır (Kosmatka ve ark 2002a).

Simanın sertleşmesi sırasında karşılaşılan süreçler aşağıdaki gibidir;

1) Karıştırma Süreci

Bu süreçte alüminatlar ve alçı ($CaSO_4 \cdot 4H_2O$) suda çok hızlı çözünür ve birkaç dakika içinde tepkimeye girmektedir. Simana eklenen alçının hızlı çözünmesi sonucu simandan ayrışan alüminatlar su ile tepkimeye girerek toz taneciklerinin etrafında jelimsi bir tabaka oluşturmaktadır (Şekil 1.3). Bu jelimsi tabaka alüminatların hızlı bir şekilde tepkimeye girmesini ve simanın ani priz yapmasını engellemekte, sıcaklığı büyük ölçüde düşürmektedir (Kosmatka ve ark 2002a, Kosmatka ve ark 2006).



Şekil 1.3. Jelimsi tabaka oluşumu (Kosmatka ve ark 2006).

2) Uyku Süreci

Uyku sürecinde siman plastik halde taşınabilmekte, yerleştirilebilmekte ve işlenebilmektedir. Bu süre kimyasal katkılarla değişebilmektedir. Şekil 1.2'de görüldüğü gibi bu süreçte ısı çıkış hızı hemen hemen sabit kalmaktadır. Ancak, bu hiçbir tepkimenin olmadığı anlamına gelmemektedir. Aksine siman bileşenleri çözünmeye devam etmekte ve siman içerisindeki su kalsiyum (Ca^{+2}) ve hidroksil (OH^-) iyonları ile doymaya devam etmektedir (Kosmatka ve ark 2002a, Kosmatka ve ark 2006) (Şekil 1.4)

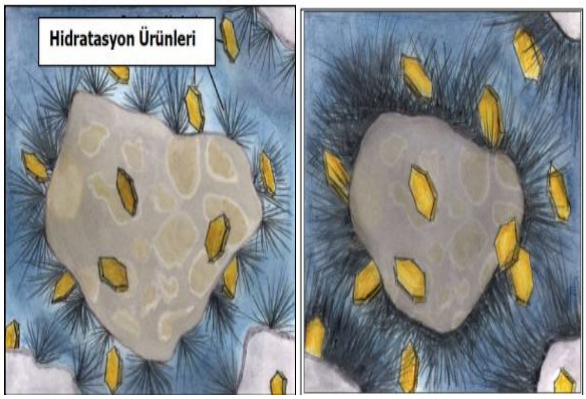


Şekil 1.4. Uyku süreci (Kosmatka ve ark 2006).

3) Sertleşme Süreci

Simanın suyu, çözünen kalsiyum iyonları ile aşırı doygun hale ulaşınca, yeni hidratasyon ürünleri oluşmaya başlar ve bunun sonucunda ısı artışı meydana gelir. Bu duruma sertleşmenin (priz) başlangıcı denmektedir. Sertleşmenin başlaması ile siman üzerinde vibratör uygulaması veya yüzey bitirme işlemi gibi uygulamalar artık yapılamaz. Bu süreçte simana yapılacak müdahaleler kalıcı ayrışmaya neden olmaktadır (Kosmatka ve ark 2002a, Kosmatka ve ark 2006).

Sertleşme periyodunda oluşan yeni ürünlerin miktarı devamlı artmaktadır. Oluşan ürünler birbirleri ile bağlanıp hidrofilik partiküllerin etrafında toplanmakta ve partikülleri çevrelemektedir. Bu sürecin sonunda siman sertleşir ve katılaşmaya başlar (Kosmatka ve ark 2002a, Kosmatka ve ark 2006) (Şekil 1.5).



Şekil 1.5. Sertleşme Süreci (Kosmatka ve ark 2006).

Başlangıç sertleşme süresi, MTA tozunun su ile birleştiği an ile simanın fiziksel değişiklik göstererek çökelmeye başladığı an arasında geçen süredir (Kosmatka ve ark 2006).

Final sertleşme süresi ise, MTA tozunun su ile birleştiği an ile simanın katılaştığı an arasındaki süredir (Kosmatka ve ark 2006).

4) Soğuma Süreci

Bu süreçte "topokimyasal" diye adlandırılan reaksiyon gerçekleşmektedir. Siman bileşenler açısından doygun bir hale gelmiştir. Siman taneciklerinin (C3S) yüzeyinde hidratasyon başlamakta ve yüzeyde hidratasyon ürünleri (C-S-H ve CH) oluşmaktadır. Simanın dayanım kazanma süreci bu dönemde başlamaktadır (Kosmatka ve ark 2006, Mehta ve Monteino 2006) (Şekil 1.6).



Şekil 1.6. Soğuma Süreci (Kosmatka ve ark 2006).

5) Yoğunlaşma Süreci

Bu periyotta reaksiyon yavaşlamakta ve ısı çıkışı önemli düzeyde azalmaktadır. Hidratasyon ürünleri yavaş da olsa artmaya ve gelişmeye devam etmektedir. Siman bu dönemde ulaşabileceği en sert ve sağlam yapıya kavuşmaktadır (Kosmatka ve ark 2006).

Yukarıda süreç olarak anlattığımız hidratasyon basamaklarında MTA simanında meydana gelen kimyasal reaksiyonlar aşağıdaki şekildedir;

Kalsiyum silikatların hidrolizi sonucunda, sulu simanın içerisinde kalsiyum hidroksit (CaOH) ve bir miktar kalsiyum silikat hidrat ($3CaO{\cdot}SiO_2$, $2CaO{\cdot}SiO_2$) oluşmaktadır (Camilleri 2008). Dikalsiyum silikat ve trikalsiyum silikat reaksiyonları şu şekildedir;

$$3CaO{\cdot}SiO_2 + H_2O \longrightarrow CaO{\cdot}2SiO_2{\cdot}3H_2O + Ca(OH)_2$$

$$2CaO{\cdot}SiO_2 + H_2O \longrightarrow 3CaO{\cdot}2SiO_2{\cdot}3H_2O + Ca(OH)_2$$

Reaksiyon sonucunda açığa çıkan hidratın kristalizasyonu zayıftır ve bu da pöröz bir katı oluşturur. Bu oluşum "silika jel" olarak adlandırılmaktadır. Silika jeldeki Ca iyonu OH iyonu ile birleşerek, $Ca(OH)_2$'e dönüşür (Camilleri 2008).

Trikalsiyum aluminat ($3CaAl_2O_4$) kalsiyum sülfat (CaSO4) varlığında hidrate olduğunda, yüksek sülfatlı kalsiyum sülfoaluminat ($6CaO{\bullet}Al_2O_3{\bullet}3SO_3{\bullet}32H_2O$) ya da diğer ismiyle etringit oluşturmaktadır. Bütün sülfat iyonları kullanılana dek etringite oluşumu devam etmektedir. Etringit, sülfat (SO_2) iyonları tükenince monosülfata dönüşmektedir.

$$3CaO{\bullet}Al_2O_3{\bullet}6\,H_2O + H_2O + CaSO4{\bullet}\,2H_2O \longrightarrow 6CaO{\bullet}Al_2O_3{\bullet}3SO_3{\bullet}32H_2O$$

Oluşan etringit, siman partikül yüzeyinde parçalanmakta ve silikat hidrat kaplama meydana gelmektedir. Silikat hidrat kaplamanın yıkımından sonra da hidrasyon yıllarca sürebilmektedir (Camilleri 2007).

MTA simanı ağız ortamında yaklaşık olarak 3-4 saatte sertleştiği bildirilmiştir (Torabinejad ve ark 1995). MTA'nın uzun sertleşme süresi klinik olarak pek çok probleme davetiye çıkarabilmektedir.

Araştırmacılar MTA'nın uzun sertleşme süresini kısaltmak, kumsu ve düşük yoğunluktaki yapısını güçlendirmek amacıyla MTA'ya çeşitli kimyasallar eklemişlerdir (Kogan ve ark 2006, Wiltbank ve ark 2007, Huang ve ark 2008, Hsieh ve ark 2009).

MTA'ya eklenen Hızlandırıcılar

Hidrolik simanların özelliklerini istenilen yönde iyileştirmek, simanın yerleştirilmesinde, sıkıştırılmasında, yüzeyinin düzeltilmesinde kolaylık sağlamak için kullanılan maddelere "katkı maddeleri" denmektedir (Erdoğan ve Erdoğan 2007). Simanın herhangi bir özelliğini iyileştirmek üzere kullanılan değişik kompozisyona sahip çok sayıda katkı maddesi bulunmaktadır (Ramachandran 1995). Her katkı maddesini tanımlamak güç olacağından, katkı maddeleri gruplara

ayrılmakta ve bu sayede ortak özellikleri daha iyi anlaşılabilmektedir (Ramachandran 1995).

Kimyasal katkı maddeleri, ana işlevlerine göre dört grupta özetlemek mümkündür (ASTM 2002);

- Sertleşme süresini (priz) hızlandıran
- Sertleşme süresini (priz) kısaltan
- Normal veya yüksek miktarda su azaltan
- Hava sürükleyen

MTA'nın sertleşme süresini kısaltmak için kullanılan katkı maddeleri/ hızlandırıcıları incelemeden önce, hızlandırıcıların ne zaman ve nerede kullanıldığını bilmemiz gerekmektedir. MTA, Portland simana benzer bir yapıya sahiptir. Portland siman ilk olarak 1824 yılında inşaat alanında kullanılmak üzere üretilmiştir. Dolayısı ile Portland siman eklenmiş betonların yapılmasına ve bu betonlarda katkı maddesi kullanımına ancak o tarihten sonra başlanmıştır (Monteiro Bramante ve ark 2008).

Çimento ile ilgili çalışmalar incelendiğinde, hızlandırıcı olarak kullanılan ilk maddenin kalsiyum klorür ($CaCI_2$) olduğu öğrenilmektedir. $CaCI_2$'ün çimento yapımında kullanılmasına dair Almanya'da 1873 yılında ve İngiltere'de 1885 yılında patentler alınmıştır (Erdoğan ve Erdoğan 2007).

Portland simanın sertleşme süresini kısaltmak için sodyum silikat ($SiO_2 \bullet Na_2O \bullet H_2O$), potasyum silikat ($SiO_2 \bullet K_2O \bullet H_2O$), sodyum karbonat ($Na_2CO_3$), potasyum karbonat ($K_2CO_3$), sodyum nitrit ($NaNO_2$), sodyum alüminat ($Na_2Al_2O_4$), okzalat ($NaC_2O_4$), sönmüş toz kireç, sodyum glukonat ($C_6H_{11}NaO_7$) veya üre ($C_5H_4N_4O_3$) gibi kimyasallar hızlandırıcı olarak kullanılmıştır (Kosmatka ve ark 2002a, Erdoğan ve Erdoğan 2007).

Portland siman inşaat alanında kullanılmaya başlandıktan sonra çeşitli ısıl işlemlerden geçerek diş hekimliğinde kullanılacak hale getirilmiştir (Lea ve Hewlett 1998). Portland simanın klinik kullanımları sırasında düşük radyoopasite göstermesi nedeniyle, yeni ürün arayışlarına gidilmiş ve MTA üretilmiştir (Torabinejad ve ark 1993). MTA'nın sertleşme süresi de diğer özellikleri gibi Portland simana benzemektedir (Torabinejad ve ark 1993). Bu nedenle MTA'nın sertleşme süresini kısaltmak için öncelikli olarak Portland simanın sertleşme süresini kısaltmak için

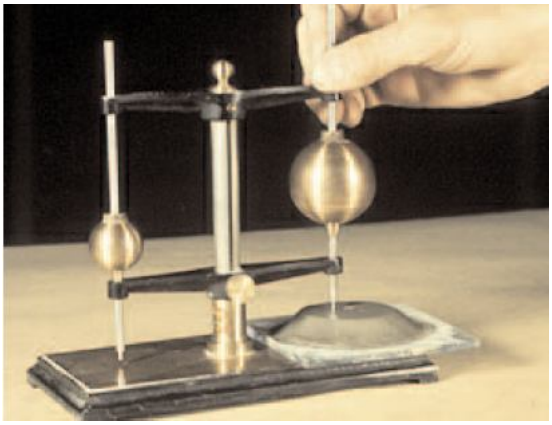
kullanılan kimyasallar kullanılmıştır (Kogan ve ark 2006, Darvell ve Wu 2011). Bunlar kalsiyum klorür, kalsiyum nitrit/nitrat, kalsiyum laktat glokonat, sodyum klorür, sodyum klorür, disodyum hidrojen fosfat hızlandırıcılarıdır (Bortoluzzi ve ark 2009, Darvell ve Wu 2011). Bunun yanında MTA'ya diş hekimliği kliniğinde bulunan sodyum hipoklorit (NaOCI), salin, lidokain ve klorheksidin glukonat solüsyonları eklenerek MTA' nın sertleşme süresine etkisi ölçülmüştür (Kogan ve ark 2006, Hsieh ve ark 2009, Darvell ve Wu 2011).

MTA'nın Sertleşme Süresinin Ölçülmesi

MTA/Portland siman içerisinde bulunan silika partiküllerinden dolayı sertleşme reaksiyonu suya temas etmesiyle başlamaktadır. Suyla sertleşme reaksiyonu başlayan simanlara "hidrolik siman" denmektedir. Hidrolik simanların sertleşme süresinin ölçümü "penetrasyon testi" ile yapılmaktadır. Sertleşme süresi testi (penetrasyon testi) ile simanın "başlangıç" ve "final" sertleşme süresi belirlenir. Sertleşme süresi test edilirken çeşitli aletler ve buna uygun standartlar kullanılmaktadır (Hsieh ve ark 2009).

1.Gillmore Aparatı (Gillmore İğnesi)

Gillmore aparatı hidrolik simanların "başlangıç" ve "final" sertleşme süresini test etmek için kullanılmaktadır. Yatay kollarında iki farklı ağırlığın olduğu, düz zeminli uçla sonlanan paslanmaz çelik silindirlere sahip bir aparattır. Düz zeminle sonlanan silindirlere "Gillmore iğnesi" denmektedir (Resim 1.1). Gillmore iğnesi ile yapılacak sertleşme süresi testi ASTM C266-04 standardı kullanılmaktadır (ASTM 2004).



Resim 1.1. Gillmore aparatı (Kosmatka ve ark 2002a)

Gillmore iğnelerinden biri 113. 4 gr ağırlığında, 2.12 mm çapındadır ve "başlangıç sertleşme süresi" bu uç ile ölçülmektedir. İğnelerden diğeri ise 453. 6 gr ağırlığında, 1.06 mm çapındadır ve "final sertleşme süresi" bu uç ile ölçülmektedir. Gillmore aparatında hidrolik simanların yerleştirildiği kalıp taban çapı 76 mm, üst çapı 50 mm ve kalınlığı da 13 mm yüksekliğindedir (ASTM 2004).

ASTM C191-04 standartlarına göre deney sırasında, 650 gr ağırlıkta siman kullanılması gerektiği bildirilmiştir. Başlangıç ve final sertleşme süreleri iğnenin siman yüzeyinde iz bırakmadığı an olarak kabul edilmektedir (ASTM 2004).

2. Vicat Aparatı (Vicat İğnesi)

Vicat aparatı hidrolik simanların "başlangıç" ve "final" sertleşme süresini test etmek için kullanılan aletlerden biridir. Vicat iğnesi ile yapılacak sertleşme süresi testinde ASTM C191-04 standardı kullanılmaktadır (ASTM 2008). Vicat aparatının "geleneksel" ve "otomatik" olmak üzere iki tipi bulunmaktadır. Geleneksel Vicat aparatı düz bir tabla ve tablanın eksenine dik gelecek şekilde ayarlanmış silindir mile sahip bir alettir. Silindirin üstünde gösterge bulunmaktadır. Milin alt ucuna Vicat iğnesi monte edilmiştir ve milin ağırlığı 300 gr'dır. Vicat iğnesi düz zeminli 1 mm çapa sahip bir silindirdir (Resim 1.2).

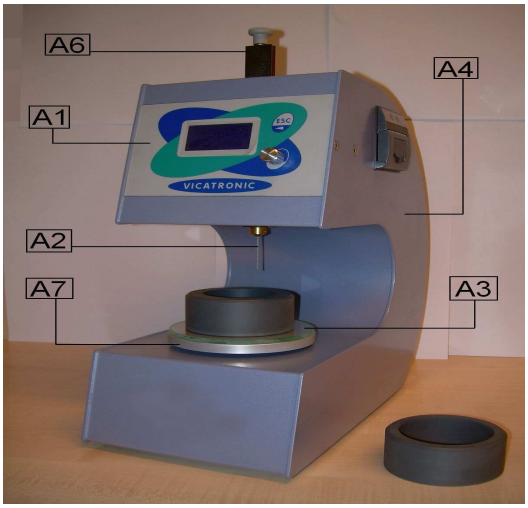


Resim 1.2. Vicat aparatı (Kosmatka ve ark 2002a)

Vicat aparatında hidrolik siman 40 mm derinliği, 70 üst iç çapı mm, 80 mm alt iç çapı olan kesik koni şeklinde bir kalıba yerleştirilmektedir. ASTM C191-04 standartlarına göre deney sırasında, 500 gr ağırlıkta siman tozu kullanılması gerektiği bildirilmiştir. Karıştırılan siman kalıba yerleştirildikten sonra Vicat iğnesi siman yüzeyine değdirilmesinin ardından serbest bırakılarak ölçüm yapılmaya başlanmaktadır (ASTM 2008).

Vicat aparatıyla "başlangıç sertleşme süresi" toz ve suyun temas ettiği an ile penetrasyonun 25 mm olarak ölçüldüğü zaman arasında geçen süredir. "Final sertleşme süresi" ise siman tozu ile suyun temas ettiği an ile iğnenin siman yüzeyinde dairesel iz bırakmadığı zaman arasında geçen süre olarak kabul edilmektedir (ASTM 2008).

Vicat aparatı ile yapılan ölçümlerde kullanıcıya bağlı hataların giderilmesi, verilerin doğru belirlenebilmesi ve elde edilen verilere kolay ulaşılabilmesi için otomatik Vicat cihazı (Vicatronik) üretilmiştir (Vicatronic 2011) (Resim 1.3). Otomatik Vicat cihazı elektronik bir hafızaya sahiptir ve simanların sertleşmesinde kullanılan çeşitli standartlar bu hafızada mevcuttur. Ayrıca kullanıcının oluşturduğu test verileri de arşivlenebilmektedir (Vicatronic 2011). Geleneksel Vicat iğnesi operatörün kullanımıyla serbest kalan bir uca sahiptir, bu durumda test edilen simanın kalıp dışına taşmasına, hazırlanan siman yüzeyinin bozulmasına neden olabilmektedir. Otomatik Vicat cihazında ortaya çıkan bu olumsuzluğu ortadan kaldırmak amaçlı "rehber iniş" denilen, Vicat iğnesinin siman yüzeyine kontrollü indiği bir mod oluşturulmuştur. Kullanılması istenen veriler seçildikten sonra test otomatik olarak başlatılabilir ve devam ettirilebilmektedir. Elde edilen değerler cihazın ekranında görülür, testin sonunda cihazın içinde mevcut olan yazıcıdan çıktı alınabilmektedir (Vicatronic 2011).



Resim 1.3. Otomatik Vicat cihazı A1 (Monitör) ,A2 (İğne) ,A3 (Cam Yüzey), A4(Yazıcı), A5 (Plastik Kalıp), A6 (Sond), A7 (Metal Döner Tabla) (Vicatronic 2011)

1.2. MTA'nın Hazırlanması

MTA tozu üretici firmanın talimatına uygun olarak, steril su ile 3:1 (0,33) oranında cam veya kağıt üzerinde, metal ya da plastik spatüller ile karıştırılmalıdır (Parirokh ve Torabinejad 2010). Karıştırma süresinin 4 dakikayı aşmaması gerektiği bildirilmiştir (Sluyk ve ark 1998). Karıştırıldıktan sonra küçük amalgam tabancası, Messing tabanca ile taşınması veya ufak uçlu el aletleriyle yerleştirilmesinin uygun olacağı bildirilmiştir (Torabinejad ve Chivian 1999).

Materyalin karıştırılması, materyal seçimi kadar önemli bir husustur. Simanların hazırlanması sırasındaki hatalar, tedavinin başarısı açısından oldukça önemlidir (Behr ve ark 2008). Karıştırma tekniklerindeki ısı, difüzyon, pörözite, toz/likit oranı gibi değerler materyallerin mekanik özelliklerinde değişiklikler meydana getirebilmektedir (Kleverlaan ve ark 2004).

Üretici firmalar, MTA'nın steril su ile karıştırılmasını önermektedir. Nekoofar ve ark (2009), ticari ismi ProRoot olarak bilinen MTA paketlerinde bulunan ampüllerdeki su miktarının tutarsızlığını dile getirmiş ve MTA tozunun gereğinden az miktarda su ile karıştırılması sonucunda yetersiz bir hidrasyon işlemi meydana geleceğini ve bunun da materyalin etkinliğini azaltabileceğine işaret etmişlerdir.

Hazırlanış sırasında çok fazla veya yetersiz su ilavesi materyalin son sertliğini azaltmaktadır (Torabinejad ve ark 1995, Torabinejad ve Chivian 1999). Ancak MTA manüpülasyonu kolay bir materyal olmadığı için fazla miktarda sıvı ile

karıştırılmasının taşınma ve yerleştirilme işlemleri sırasında problemlere yol açacağı bildirilmiştir (Lee 2000). Frinland ve Rosado (2003), yaptıkları çalışmada, su-toz oranı arttıkça, MTA karışımının çözünürlüğünün ve pörözitesinin de arttığı sonucuna varmışlardır.

1.3. MTA'nın Partikül Büyüklüğü

MTA'nın sertleşme süresini etkileyen faktörlerden bir diğeri de partiküllerin yapısı ve büyüklüğüdür (Al-Hezaimi ve ark 2005, Komabayashi ve Spangberg 2008, Yasuda ve ark 2008). Siman içerisindeki küçük partiküller, likitle temas yüzeyini arttırıp erken dönem dayanıklılığın fazla olmasını sağlamaktadır (Komabayashi ve Spangberg 2008). Bunun yanında diş yüzeyiyle temas halinde olan MTA simanının partiküllerinin dentin tübüllerine ilerlemesinde en-boy oranı önemli bir unsurdur ve küçük partüküllerin dentin tübülleriyle daha iyi bağlantı yaptığı bildirilmiştir (Komabayashi and Spangberg 2008).

Birçok araştırmacı beyaz MTA, gri MTA ve portland simanın partikül büyüklüğünü ve şeklini kıyaslamışlardır (Camilleri ve ark 2005, Komabayashi ve Spangberg 2008). Sonuçlara göre, beyaz MTA gri MTA'ya göre partikül büyüklüğü açısından daha homojen ve küçük boyuttadır (Camilleri ve ark 2005, Komabayashi ve Spangberg 2008). Portland Siman, gri MTA ile benzerlik göstermektedir (Komabayashi ve Spangberg 2008). Lee ve ark (2004), gri MTA tozunun partikül büyüklüğünü 1-10 μm olarak bildirirken Camilleri (2008), beyaz MTA tozunun hidrasyon öncesi yaklaşık 30 μm olduğunu bildirmiştir. Beyaz MTA'nın küçük partikül boyutuna sahip olması; yüksek yüzey alanında, ıslatma hacminde, sıvı bağlama kapasitesinde ve hidrasyon oranında artışı sağlamaktadır (Soroka 1979).

MTA'nın, trikalsiyum ve dikalsiyum silikatın hidrasyonu sonucunda ana reaksiyon ürünü olarak kalsiyum silikat hidrat ve kalsiyum hidroksit açığa çıkmaktadır (Camilleri 2007). Partikül büyüklüğü ve şeklinin yüzey alanı üzerindeki etkisi sonucunda etringite formasyonu, dikalsiyum ve trikalsiyum silikat partiküllerinin kalsiyum silikat hidrat ve kalsiyum hidroksit ürünlerini açığa çıkarma reaksiyonu etkilenebilmektedir (Komabayashi ve Spangberg 2008). Partikül büyüklüğünün küçük olması, kalsiyum silikatın reaktivitesini artırarak, kalsiyum silikat hidrat ve kalsiyum hidroksit oluşumunu arttırmaktadır (Belio-Reyes ve ark 2009). Yapılan çalışmalara göre, beyaz MTA'nın üstün biyouyumlu özelliğini küçük

partikül boyutu ve materyal yüzey morfolojisiyle ilişkili bulmuşlardır (Dammaschke ve ark 2005).

1.4. MTA'nın Kullanım Alanları

MTA ilk olarak kök ucu dolgu materyali olarak kullanıma sunulmuş, ancak MTA'nın üstün biyouyumluluğu, iyi kapama yeteneği, pulpa ve kök çevresi dokuların rejenerasyonunu arttırma kapasitesi gibi özelliklerinden dolayı çeşitli klinik uygulamalarda kullanım alanı bulmuştur (Torabinejad ve ark 1993, Perez ve ark 2003).

MTA'nın klinikte uygulama alanları şu ana başlıklar altında sınıflandırılmaktadır (Torabinejad ve Chivian 1999, Rao ve Shenoy 2009, Parirokh ve Torabinejad 2010);

*Pulpa kuafajı

*Apeksifikasyon

*Apikal Rezeksiyon

*Süt dişi amputasyonunda

*Kök kırıkları

*Cerrahi ve cerrahi olmayan yaklaşımlarla kök ucu dolgusu olarak

*Cvek pulpatomisi

*Dens invajinatusun profilaktik parsiyel pulpatomi tedavisi

*Daimi dişlerin kök kanal tedavisinde kanal patı olarak

*Persiste süt dişlerinin kök kanal tedavisi

*Kök ve bifurkasyon perforasyonları

*Endodontik tedavili dişlerin kanal içi beyazlatma işlemlerinde bariyer materyali

1.4.1. MTA'nın Vital Pulpa Tedavisinde Kuafaj Materyali Olarak Kullanımı

Diş pulpasında meydana gelen perforasyonların iyileşmesi birçok faktöre bağlıdır. Bu faktörlerden başlıcaları; pulpa açıklığının boyutu ve doğası (travmatik, mekanik ve çürük nedeni ile), bakteriyel kontaminasyon durumu, pulpanın iyileşme yeteneği, yaş, kök oluşum aşaması, periodontal durum ve kullanılan materyallerdir. Pulpa kuafajı için farklı materyaller bulunmasına karşın, $Ca(OH)_2$ standart olma özelliğini halen korumaktadır. $Ca(OH)_2$'in zamanla çözünebilmesi, oluşturduğu dentin köprüsünde tünel defektlerinin olması ve zamanla sızıntıyı önleme kabiliyetindeki düşüş, araştırmacıları yeni materyal arayışına yönlendirmiştir (Karayılmaz ve Kırzıoğlu 2011).

Son yıllarda, yüksek doku uyumluluğuna sahip olması, oluşturduğu dentin köprüsünde tünel defektlerinin olmaması ve bakteri boya geçişini son derece iyi önlemesi nedeni ile MTA materyali, pulpa perforasyonlarının kuafajında ön plana çıkmaya başlamıştır. MTA'nın oluşturduğu dentin bariyeri; materyalin sızdırmazlık özelliğinin, yüksek doku uyumunun ve bazik karakterde olmasının bir sonucudur (Parirokh ve ark 2005, Kuratate ve ark 2008) .

Faraco ve ark (2001)'nın ve Dominguez ve ark (2005)'nın köpekler üzerinde, Andelin ve ark (1985)'nın ise ratlar üzerinde yaptıkları deneysel kuafaj çalışmalarında, MTA'nın, tersiyer dentin oluşumunda özellikle $Ca(OH)_2$'e göre daha üstün sonuçlar verdiği rapor edilmiştir.

Anatomik ve fizyolojik özelliklerinden dolayı, geleneksel materyaller ile süt dişlerinde yapılan direkt pulpa kuafajı tedavilerinin başarısı oldukça düşük olmaktadır (Karayılmaz ve Kırzıoğlu 2011). Bu durumun, süt dişi pulpasındaki farklılaşmamış mezenşimal hücrelerin, internal rezorpsiyonu yöneten osteoklastlara dönüşmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir (Karayılmaz ve Kırzıoğlu 2011). Bu nedenle süt dişlerinde direkt pulpa kuafajı yerine, daha radikal bir tedavi olan amputasyon tedavisi tercih edilmektedir (Bodem ve ark 2004). Süt dişlerinin direkt kuafajında, MTA'nın başarılı ve güvenilir sonuçlar vermesi, özellikle pedodontistler açısından önemlidir.

1.4.2. Apeksifikasyon Sırasında Apikal Bariyer Oluşturmak için MTA'nın Kullanımı

Kök gelişimi tamamlanmamış, canlılığını kaybetmiş dişlerde, mineralize doku oluşumuyla kök ucunun tıkanmasının sağlandığı tedavi yöntemi apeksifikasyon olarak tanımlanmaktadır (Morse ve ark 1990). Apeksifikasyon tedavisinin amacı, kök kanalından periapikal dokulara bakteri ve toksinlerin geçişini önlemek için apikal bir bariyer oluşumunu sağlamaktır (Simon ve ark 2007). Apeksifikasyon tedavisinde tercih edilen yöntemlerin başında, $Ca(OH)_2$ ile tedavidir (Chueh ve ark 2009).

$Ca(OH)_2$ ile yapılan apeksifikasyon tedavileri, apikaldeki açıklık miktarına bağlı olarak ortalama 5-20 ay gibi uzun bir tedavi süresi gerektirmektedir (Andreasen ve ark 2002, Dominguez Reyes ve ark 2005). Ayrıca tedavi süresince tekrarlayan endodontik işlemler kanalların tekrar enfekte olmasına ve diş yapısını zayıflatarak kök kırıklarına direncinin azalmasına neden olmaktadır (Sheehy ve Roberts 1997, Andreasen ve ark 2002). Bununla birlikte uzun tedavi süresince hastaların düzenli randevularına gelmemeleri de tedavi prognozunu olumsuz yönde etkilemektedir (Shabahang ve ark 1999, Sarris ve ark 2008). Tüm bu dezavantajları elimine etmek için, $Ca(OH)_2$ apeksifikasyonuna alternatif olarak en uygun materyal olarak MTA önerilmektedir (Torabinejad ve Chivian 1999).

MTA'nın, apeksifikasyon tedavisinde özellikle daha az tedavi seansı gerektirmesi, apikal bariyer oluşturma süresinin daha kısa olması, sement benzeri sert doku oluşumunu uyarması, yüksek pH'ın $Ca(OH)_2$'e göre daha uzun süre korunabilmesi, daha uzun süre çözünmeden ağızda kalabilmesi ve neme karşı $Ca(OH)_2$'e göre daha dayanıklı olmasından tercih edilmektedir (Morse ve ark 1990, Sarris ve ark 2008).

1.4.3. MTA'nın Amputasyon Tedavisinde Kullanılması

Süt dişlerindeki pulpayı içine alan çürük lezyonlarının tedavisinde, genellikle amputasyon tedavisi tercih edilmektedir. Bu güne kadar amputasyon tedavisinde birçok materyal denenmiştir (formokrezol, ferrik sülfat, gluteraldehit, $Ca(OH)_2$ vb.) (Salako ve ark 2003, Maroto ve ark 2007, Sonmez ve ark 2008).

Formokrezol klinik başarısı yüksek bir amputasyon materyalidir ancak pulpada enflamasyon ve nekroza neden olması, sitotoksik, mutajenik ve karsinojenik potansiyelinin olması, immünolojik cevaplara neden olması ve sistemik yayılım gösterebilmesi nedeni ile kullanımı çocuklarda güvenle kullanılabilecek bir materyal olarak görülmemektedir (Roberts ve ark 2008, Rao ve Shenoy 2009, Karayılmaz ve Kırzıoğlu 2011). Bu nedenle araştırmacılar olumlu etkilere sahip, güvenilir bir materyal üzerinde durmaktadırlar ve bu noktada MTA ön plana çıkmaktadır.

Araştırmalar sonucu MTA'nın pulpanın vitalitesini koruduğunu, pulpayı örttüğünü ve tekrarlı yüksek pH'a bağlı olarak kök pulpa dokusu üstünde kalsifik bariyer formasyonun oluşmasını sağladığı gösterilmiştir (Darvell ve Wu 2011). Tedavi sonrası takiplerde, MTA kullanılan çalışmalarda internal rezorpsiyon görülme sıklığının daha az olduğu bildirilmiştir (Peng ve ark 2006, Darvell ve Wu 2011). MTA amputasyon tedavisinde üstün özellikleri sayesinde tercih edilebilir (Yıldız 2009)

1.4.4. MTA'nın İyatrojenik Perforasyonların Kanal İçi Tamirinde Kullanımı

Kök perforasyonları tedavi işlemleri esnasında pulpa boşluğu ve periodontal dokular arasındaki ilişkinin bozulmasına neden olan yapay açılmalardır (Alhadainy 1994). Çoğunlukla iyatrojeniktir; pulpa odasını ve kanalı ararken yanlış alet kullanımı, post boşluğu hazırlarken ya da agresif kanal genişletilmesi sebepleriyle oluşabilir (Bala 1997). Nadir olarak osteoklastlar internal veya eksternal olarak dentini rezorbe etmesiyle veya çürük nedeniyle perforasyon oluşabilmektedir (Koh ve ark 1998).

Perforasyon defektlerinin tamirinde günümüze değin gerek tıkayıcı gerekse doku tamirini indükleyen özellikte birçok material kullanılmıştır (Tunç ve Çetiner 2006). Bunlar arasında trikalsiyum fosfathidroksilapatit, çinkofosfat siman, cam iyonomer siman, amalgam, güta perka, kalsiyum hidroksit, teflon disk, dentin parçacıkları sayılabilir (Behnia ve ark 2000, Baek ve ark 2005). Perforasyon tamiri geleneksel olarak amalgamla yapılır, fakat günümüzde amalgam sitotoksik bir madde olduğundan yabancı cisim reaksiyonlarına neden olduğundan kök ucu dolgu maddesi olarak en az sıklıkta kullanılmaktadır (Tunç ve Çetiner 2006). Son yıllarda ise iyatrojenik perforasyonların kanal içi tamirinde üstün biyouyuma sahip MTA'nın kullanımı gündeme gelmiştir.

Torabinejad ve ark (1995)'nın yaptığı hayvan deneylerinde MTA kullanılarak yapılan furkasyon perforasyonlarının tamirinde yalnızca deneklerin birinde, amalgam kullanılan deneklerin hepsinde yangı saptanmıştır. Bunun yanı sıra MTA kullanılan furka bölgesinin çevresinde sement oluşumuna rastlanmıştır (Torabinejad ve ark 1997). Lee ve ark (1993), MTA ile yaptıkları *in vitro* çalışmada; MTA'nın IRM'den ve amalgamdan daha üstün tıkayıcı özellikleri olduğunu ve daha az sızıntı gösterdiğini bulgulamışlardır. Furkal perforasyonların tamirinde de bakteriyel sızıntı açısından MTA'nın amalgamdan üstün olduğu Nakata ve ark (1998) tarafından gösterilmiştir. Yapılan çalışmalar ışığı altında MTA'nın yavaş çözünmesi, nemden az etkilenmesi, sement formasyonuna izin vermesi, uygulanan bölgede kemik oluşumunu indüklemesi gibi özelliklerinden dolayı MTA'nın perforasyon tamiri için uygun bir materyal olduğu bildirilmiştir (Parirokh ve Torabinejad 2010).

1.4.5. Retrograd Dolgu Materyali Olarak MTA Kullanımı

Retrograd dolgu materyali olarak bu güne kadar birçok materyal denenmiştir. Bunlar arasında çinkofosfat siman, cam iyonomer siman, amalgam, geçici dolgu maddesi (çinko oksit-kalsiyum sülfat), Super-EBA, IRM, güta perka, diaket, kompozit reçineler sayılabilir (Regan ve ark 2002, Baek ve ark 2005, Tawil ve ark 2009). Fakat vital dokularla tam uyumlu olmamaları, periradiküler dokuların rejenerasyonunu tetikleyememeleri ve enfekte kök kanalından irritanların periradiküler alana sızmasını engelleyememeleri nedeni ile henüz ideal özelliklere sahip bir retrograd dolgu materyali bulunamamıştır. Son yıllarda yapılan birçok çalışmada, retrograd dolgu materyali olarak MTA tavsiye edilmektedir (Kogan ve ark 2006, Rao ve Shenoy 2009).

MTA, ilk olarak kök ucu dolgu maddesi şeklinde üretilmiştir (Torabinejad ve ark 1995). Kim ve Kratchman (2006) MTA'nın biyouyumluluğu en yüksek retrograd dolgu maddesi olduğunu bildirmişlerdir. Köpek ve maymunlarda yapılan çalışmalarda; MTA'nın kök ucu tıkama etkinliği amalgamla karşılaştırılmıştır. Kök ucu dolgu maddesi olarak kullanılan MTA daha az yangı göstermiş, MTA çevresinde sement dokusu oluşmuş ve periradiküler dokuların iyileştiği gözlenmiştir. Saunders (2008)'ın beyaz MTA'yı retrograd dolgu olarak kullandığı ve 276 diş üzerinde yaptığı çalışmada 4-72 aylık takibin ardından klinik ve radyografik başarı oranı % 88,8 bulunmuştur. Araştırmacı dikkatli mikrocerrahi ve retrograd dolgu maddesi olarak MTA'nın kullanımıyla periapikal bölgede başarılı sonuçların alınacağını

bildirmiştir (Saunders 2008). MTA, manüplasyonu zor ve pahalı bir materyal olmasına rağmen, kök ucu dolgu materyali olarak kullanılan diğer materyallerle kıyaslandığında yüksek klinik başarısı, iyi bir örtünme, yüksek biyouyumluluk; amalgam, IRM ve SuperEBA'ya kıyasla tek doku rejenerasyonu uyarımı gösteren retrograd dolgu materyalidir (Pitt Ford ve ark 1995, Rubinstein ve Kim 2002, Fernandez-Yanez Sanchez ve ark 2008)

1.4.6. Kanal Tedavili Dişlerde Uygulanan İnternal Ağartmada Bariyer Olarak MTA Kullanımı

Nekrotik pulpa dokusu, pulpal kanamalar veya pulpa odasında kalmış kök kanal dolgu maddeleri nedeniyle meydana gelen içsel renklenmeler, protetik yaklaşımlara alternatif olarak kullanılan intrakoronal ağartma teknikleri ile kolay, ekonomik ve konservatif bir şekilde giderilebilmektedir (Rotstein ve ark 1993). Bu tür ağartma işlemleri ile klinik olarak tatmin edici sonuçlar elde edilmekle beraber, % 7 oranında eksternal kök rezorbsiyonu gelişebilme riski bulunduğu da bildirilmiştir (Gimlin ve Schindler 1990, al-Nazhan 1991, Friedman 1997).

Karşılaşılan rezorpsiyonun, kullanılan ağartıcı maddelerin dentin tübülleri arasına diffüze olup, servikal periodontal ligamente ulaşarak, enflamasyona sebep olması sonucu geliştiği düşünülmektedir (Smith ve ark 1992). Bu nedenle, ağartma işlemine başlanmadan önce kanal dolgusunun üzerine mutlaka koruyucu bir bariyer materyal konulması önerilmektedir (Gimlin ve Schindler 1990, Costas ve Wong 1991) Bu amaçla çinko fosfat siman, cam iyonemer siman, IRM, kompozit reçineler ve son zamalarda MTA bariyer materyali olarak kullanılmaktadır (Brighton ve ark 1994, Bayrak ve ark 2005).

MTA boya, bakteri ve ekzotoksin gibi diğer metabolitlerin penetrasyonuna karşı etkili bir tıkama sağladığından internal ağartma işleminden önce koronal tıkaç olarak kullanılabilmektedir (Battle ve ark 1995). Bayrak ve ark (2005), MTA'nın intrakoronal ağartma uygulamalarında bariyer materyali olarak kullanımının, cam iyonomer siman ve çinko fosfat siman ile karşılaştırılmalı olarak değerlendirmişler ve bariyer materyali olarak MTA'nın güvenle kullanılabileceği bildirilmiştir (Bayrak ve ark 2005).

1.5. pH Ölçme Yöntemi ve MTA'nın pH'sının Ölçülmesi

pH bir çözeltinin asitlik veya bazlık derecesini tarif eden ölçü birimidir. pH, "Power of Hydrogen" anlamına gelen ve kelimelerin kısaltmasından oluşan bir kavramdır. pH metre ise; pH değerini ölçen laboratuvar cihazına verilen isimdir. pH elektrodu, ölçülen çözeltinin pH değerine göre voltaj veren bir pil gibi çalışır. pH ölçüm elektrodu hidrojen iyonuna hassas bir cam haznedir. İçindeki ve dışındaki bağıl hidrojen oranlarının değişimine göre farklı milivolt çıkışları verir (ACS 2004).

pH metre; pH ölçüm elektrodu, referans elektrodu, yüksek empedans girişi olmak üzere 3 temel parçadan oluşmaktadır. pH, elektrik sinyali üreten bir araç kullanılarak elektriksel sinyali, pH birimine çeviren potansiyometrik bir ölçümdür. Üretilen ve ölçülen sinyal voltaj birimindedir. pH ölçümünü yapabilmek için iki gerilime ihtiyaç vardır, pH ölçümü için gerekli olan elektriksel sinyal bu iki gerilim arasındaki fark ile oluşur.

Referans ve algılama elektrodu arasındaki bu gerilim farkı pH metre tarafından ölçülür ve pH değerine çevrilir. Bir maddenin pH değeri hidrojen iyonu [H^+] ile hidroksil iyonunun [OH^-] derişimlerinin oranına direk bağlıdır. Eğer H^+ derişimi OH^- derişiminden fazla ise maddemiz asidik; yani pH değeri 7'den düşüktür. Eğer OH^- derişimi H^+ derişiminden fazla ise madde bazik; yani pH değeri 7' den büyüktür. Eğer OH^- ve H^+ iyonlarından eşit miktarlarda mevcut ise, madde 7 pH değerine sahip olmak üzere nötraldir (ACS 2004).

MTA'nın pH değeri toz likit karıştırıldıktan sonra 10,2'dir. Bu değer 3 saat sonunda 12,5'e çıkmaktadır (Torabinejad ve ark 1995). MTA, yüksek pH değerini uzun dönem koruyabilmiştir. Araştırmacılar yüksek pH değerini MTA'den sürekli kalsiyum salınımına ve kalsiyum hidroksit oluşumuna bağlamışlardır (Chong ve ark 1994, Holland ve ark 2001). Yüksek pH sağlanmasıyla ortamdaki antibakteriyel etkinlik artmakta ve bu şekilde mikroorganizmalar için uygun olmayan bir ortam sağlanmaktadır. MTA'nın yüksek pH göstermesi sert doku ve bağ doku oluşumunu indüklemektedir (Torabinejad ve ark 1995). Torabinejad ve ark (1995), MTA'nın kök ucu dolgu maddeleri içinde komşu dentoalveoler dokularda kök ucu sementogenezis de dahil olmak üzere kök ucu dokularda rejenerasyonu sağladığından dolayı en etkili madde olduğunu bildirmişlerdir.

1.6. Bağlanma Dayanımının Ölçülmesi ve MTA'nın Diş Dokusuna Bağlanması

Endodontik materyaller ve diş yapısı arasındaki bağlantının etkinliğinin değerlendirilmesinde, bağlanma dayanımı testleri tercih edilen yöntemler haline gelmiştir. Bağlanma dayanımı adeziv materyalle dentin arasındaki bağlanmayı koparmak için gerekli birim alana düşen kuvvet olarak tanımlanır ve megapaskal olarak hesaplanır.

Bağlanma dayanımının test edilmesinde kullanılan kuvvetin yönüne göre üç test yöntemi kullanılmaktadır (Della Bona ve van Noort 1995, Patierno ve ark 1996). Bunlardan ilki makaslama (shear bond strength) testidir. Bu yöntemde kuvveti uygulayan yükleme cihazı, substrat ve adezivin bağlandığı ara yüz ile paralel olacak şekilde kuvvet uygulanır. Fakat bu paralelliğin sağlanması zor olduğu için, işlem esnasında gerçekleşen devrilmeler hatalı sonuçlar alınmasına ve yöntemin sorgulanmasına neden olmuştur (Della Bona ve van Noort 1995). Kuvvetin uygun şekilde iletilebilmesi amacıyla ilmik tel, bıçak kenarı ya da künt bir çubuk kullanılarak yöntem modifiye edilmiştir (Della Bona ve van Noort 1995).

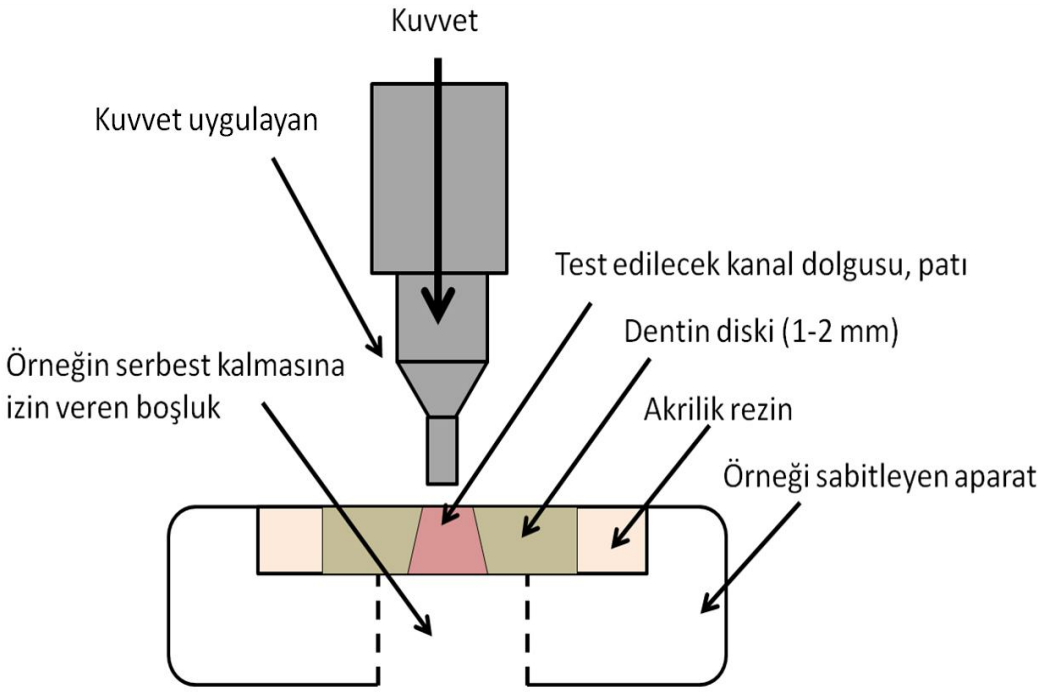
Diğer test yöntemi olan gerilim testinde, dentin ya da guta perkadan oluşturulan dentin diskleri üzerine uygulanan kanal dolgu patının bir uç yardımı ile çekilmesi ile bağlanma dayanımı ölçülür. Bu yöntemde makaslama yönteminin aksine, örnek ile bağlanan materyal aynı düzleme getirildiği için daha homojen bir stres dağılımı elde edilebileceği düşünülmektedir. Ancak dental ortamda elastik ve plastik deformasyonları farklı olan bağlayıcı sistemler, kompozit rezinler, demineralize ve mineralize dentin yüzeylerinin bir arada bulunması bu yöntemler ile homojen stres dağılımı elde edilmesini imkansız kılar.

Dental materyal ve diş arasındaki bağlanma dayanımını ölçmek için kullanılan yöntemlerden bir diğeri de "push-out" yöntemidir (Patierno ve ark 1996, Boschian Pest ve ark 2002). Push-out testi, diş hekimliğinde ilk defa 1970 yılında kullanılmış daha sonra 1996 yılında push-out testi, kök kanal dentinine bağlanma çalışmalarında rapor edilmiştir (Roydhouse 1970, Patierno ve ark 1996). Bu teknikte, elde edilen belirli kalınlıktaki dentin disklerinin ortasında hazırlanan belirli çaptaki kavite boşluklarının içerisine test edilecek materyaller yerleştirilip, ardından bir itici uç yardımı ile kök kanal dolgusu kök kanalından itilir ve kopmanın gerçekleşmesini

sağlayan maksimum kuvvet bağlanma dayanımı değerini verir (Frankenberger ve ark 2000).

Push-out bağlanma dayanımı düzeneğinde uygulanan kuvvet dentin tübüllerine dik, bağlantı yüzeyine paralel gelmiş olur ki bu uygulama kök kanalı içerisindeki kuvvetleri klinik olarak taklit etmede daha başarılıdır (Sousa-Neto ve ark 2005). Diğer yöntemlerde koronal dentinden hazırlanan dentin diskleri kullanılırken, push-out yönteminde kök dentininin kullanılması önemli bir avantajdır, çünkü kök ve koronal dentinin yapısal farklılıklarının olması elde edilen sonuçları etkileyebilmektedir (Duke ve Lindemuth 1991).

Bu yöntem, düşük bağlanma dayanımı gösteren kök kanal dolgu patlarının değerlendirilebilmesine olanak tanımaktadır (Ungor ve ark 2006). Yapılan çalışmalarda, gerilim testlerde çok geniş aralıkta değer elde edildiği ve push-out yönteminin daha güvenilir olduğu belirtilmiştir (Goracci ve ark 2004, Sungur ve ark 2011). Push-out bağlanma dayanımı test düzeneği şekil 1.7'de gösterilmiştir.



Şekil 1.7. Push-out bağlanma dayanımı test düzeneği (Sungur ve ark 2011).

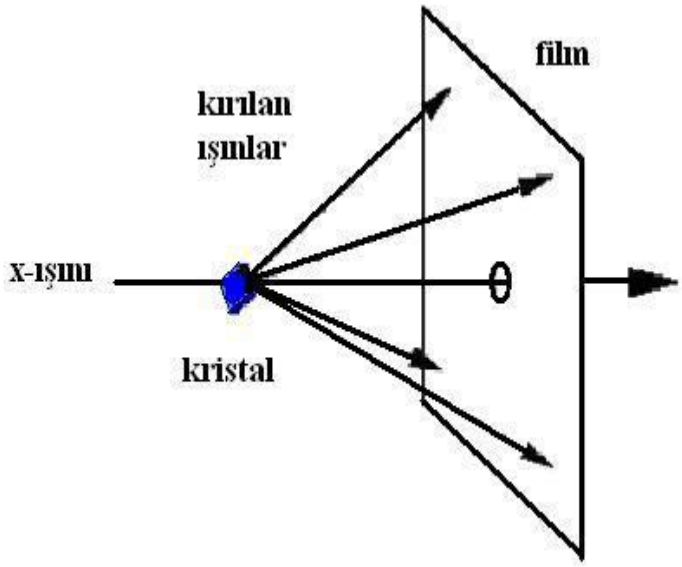
İdeal bir kök kanal ucu dolgu maddesi veya perforasyon tamir materyali temas ettiği diş dokusuyla bütünleşmeli ve maruz kalınan mekanik streslerde dolgu yerinden hareket etmemelidir (Gancedo-Caravia ve Garcia-Barbero 2006). MTA biomateryalinin belli bir oranda mikrosızıntı göstermesine karşın, diğer kök kanal ucu dolgu maddelerine göre üstün bir sızdırmazlık ve marjinal adaptasyona sahip olduğu bildirilmiştir (Torabinejad ve ark 1993, Torabinejad ve ark 1994).

1.7. X Işını Kırınımı

X-Ray Diffraction (XRD) olarak bilinen X ışını kırınımı, toz veya katı haldeki kristalin materyallerin kalitatif veya kantitatif analizlerinin yapılabilmeleri için kullanılan non destrüktif bir tekniktir. XRD sistemi kullanılarak bir materyal veya bir karışım içerisindeki temel bileşenlerin tanımlanması mümkün olabilmektedir (Islam ve ark 2006b).

Temelde XRD; X ışınlarının paralel veya eşit aralıklı atomik düzlemlerden yansıması olarak Bragg yasasına göre belirlenir; belli dalga boyu ve geliş açısıyla, kristaller içerisinde yansıyan radyasyondan oluşan yoğun tepe noktaları meydana gelir.

Analiz için, hidrate olmuş siman bölmeye yerleştirilir. Belirlenmiş dalga boyunda ve teta açısında test edilecek siman içerisinden geçirilen X ışınlarının yoğunluğu bir detektör tarafından ölçülür (Şekil 1.8). Ölçülen yoğunluk birimleri evrensel veritabanı ile karşılaştırılır (Islam ve ark 2006b, Camilleri 2008). Teorik olarak, bu veritabanı içerisinde kırınım paterni bulunan her maddenin belirlenmesi mümkün olabilmektedir. Ancak pratikte, her ne kadar tüm maddelerin karakteristik bir tepe noktası olsa da birbiri üzerine çakışan paternler sebebiyle hatalar meydana gelebilir. Dolayısıyla tepe noktasının yanısıra tepe alanı da dikkate alınmalıdır (Islam ve ark 2006b).



Şekil 1.8. XRD analiz prensibi

XRD tekniği, alaşımların yapılarının incelenmesinde, dental alaşımların düşük ısıda faz değişimlerinin incelenmesinde kullanılmıştır (Brantley ve ark 1996, Iijima ve ark 2008). XRD, simanların hidrasyon mekanizmasının anlaşılmasında, kimyasal kompozisyonun tayininde ve temel bileşenlerin belirlenmesinde, simanların birbiriyle karşılaştırılmasında kullanılmıştır (Camilleri 2008, Camilleri 2010, Gandolfi ve ark 2010).

XRD tekniği, siman içerisindeki temel kristal yapının tanımlanmasını sağlayabilmektedir. Bir materyalin temel bileşenlerinin tanımlanabilmesi ile, o materyalin fiziksel, kimyasal ve mekanik özellikleri daha anlaşılabilir bir hale gelmektedir (Islam ve ark 2006b).

MTA'nın XRD analizi yapılırken, içeriğindeki oksit bileşikleri için kısaltmalar kullanılmaktadır. Bu kısaltmalar bileşiklerin kesin yapısı ve durumu hakkında karşılaştırma yapılmasını kolaylaştırmak için yapılmaktadır. MTA'nın XRD analizi sırasında kullanılan kısaltmalar aşağıda belirtilmiştir (Çizelge 1.1)

Çizelge 1.1. Oksit bileşiklerin simgesel gösterimi.

Fazlar	Kimyasal Formül	Simgesel gösterimi
Kalsiyum Oksit	CaO	C
Alüminyum Oksit	Al_2O_3	A
Silikat	SiO_2	S
HidrojenDiOksit	H_2O	H
Trikalsiyum Silikat	3CaO.SiO2	C3S
Dikalsiyum Silikat	2CaO.SiO2	C2S
Trikalsiyum Alüminat	3CaO.Al2O3	C3A
Tetrakalsiyum Alüminoferrit	4CaO.Al2O3.Fe2O3	C4AF

1.8. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Işık mikroskobunun ayırma gücünün yetersizliği ve büyütme gücünün buna bağlı olarak düşük olması nedeniyle yüzey incelemeleri için taramalı elektron mikroskobu (SEM-Scanning Electron Microscopy) kullanılmaktadır. SEM'den görüntü alma işlemi yüksek hızlarda hızlandırılan elektronların incelenecek örnek üzerine gönderilmesi esasına dayanır (Geirsson ve ark 2004).

Yüzey incelemeleri için örnek üzerine gönderilen hızlandırılmış elektronlar örnek tarafından saçılırlar. Elektron akışının sürekli olması için incelenecek cismin iletken hale getirilmesi gerekir. Bunun için cisim 20-1000 nm kalınlıkta Altın (Au) ve Palladyum (Pd) ile kaplanması gerekir. SEM analizi yüzeyin morfolojik özellikleri hakkında detaylı bilgiye ulaşmamızı sağlar (Hong ve ark 2008).

Bu bilgiler ışığında tez çalışmamızın amacı, MTA likitine eklenen farklı hızlandırıcıların; materyalin sertleşme süresi, push-out bağlanma dayanımı, pH değerleri, X ışını kırınım faz analizi ve SEM analizi yapılarak MTA'nın sertleşme süresine ve fiziko-kimyasal özelliklerine olan etkisinin incelenmesidir.

2.GEREÇ VE YÖNTEM

Bu tez çalışmasında MTA simanın hazırlanmasında kullanılan distile suya eklenen farklı hızlandırıcıların MTA'nın sertleşme süresine ve fiziko-kimyasal özelliklerine olan etkisi incelenmiştir.

Farklı hızlandırıcılar eklenerek hazırlanan MTA'nın başlangıç ve final sertleşme süreleri, pH değeri, X ışını kırınım faz analizi, SEM analizi, kök kanalı dentinine bağlanma dayanımı parametreleri değerlendirildi.

Farklı hızlandırıcılar eklenerek hazırlanan MTA simanlarının sertleşme süresi, kök kanal dentinine bağlanma dayanımı, pH değerleri Selçuk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Araştırma Laboratuvarında gerçekleştirildi. Simanların X ışını kırınım faz analizi ve SEM analizi Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi (ARGE)'de yapıldı.

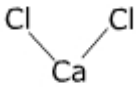
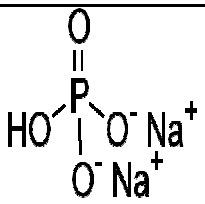
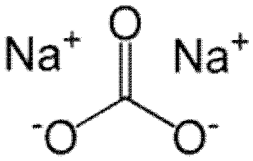
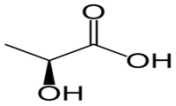
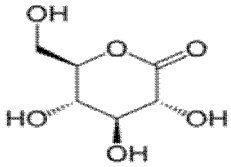
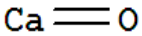
Araştırma için gerekli olan etik kurul onayı, Selçuk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Araştırma Etik Kurulu'ndan alındı (08.03.2012 tarih ve 2012/03 karar).

2.1. Deney Gruplarının Oluşturulması

Çalışmamızda Beyaz ProRoot MTA (Dentsply Maillefer, İsviçre) simanının sertleşme süresini hızlandırmak amacıyla distile suya $CaCI_2$, Na_2HPO_4, Na_2CO_3, CLG kimyasalları eklendi. Eklenen hızlandırıcıların kimyasal formülleri, oranları ve üretici firmaları Çizelge 2.1'de gösterildi.

MTA tozu ve toz halindeki kimyasallar ±0.0001 g hassasiyetle ölçüm yapabilen elektronik hassas terazide (Precisa XB 220A, Precisa Instruments Ltd.,Dietikon, İsviçre) tartıldı (Resim 2.1). Sıvı ölçümler ise 10 –1000 µl aralığındaki mikropipetler kullanılarak (Thermo, Thermo Fisher Scientific Inc., Almanya) yapıldı (Resim 2.2).

Çizelge 2.1. Hızlandırıcıların kimyasal formülleri.

Kimyasal Kompozisyonu	Molekül Ağırlığı	Molekül Şekli	Oran	Üretici firma
$CaCl_2.2H_2O$ (Kalsiyum Klorür)	147.01 g/mol		**% 10**	VWR BDH Prolabo Madrid, Spain
Na_2HPO_4 (Disodyum Hidrojen Fosfat)	141.96 g/mol		**% 15**	Merck KGaA, Darmstadt, Germany
Na_2CO_3 (Sodyum Karbonat)	105.99 g/mol		**% 10**	SigmaAldrich, Steinhelm,Almanya
CLG (Kalsiyum Laktat Glukonat)			**% 23.1**	
$C_3H_6O_3$ (Laktik Asit)	90.08 g/mol			Sigma –Aldrich Steinhelm,Almanya
$C_6H_{10}O_6$ (Glukona-Delta Laktone)	178,14 g/mol			Sigma –Aldrich, Steinhelm,Almanya
CaO (Kalsiyum Oksit)	56,07 g/mol			Alfa Aesar, Ward Hill, MA



Resim 2.1. Hassas terazi



Resim 2.2. Mikropipetler

Çalışmamızın kontrol ve deney grupları aşağıda belirtilen şekilde hazırlandı;

Grup 1: Kontrol grubu, Beyaz ProRoot™ MTA tozunun, distile suyla toz/likit oranı 3/1 olacak şekilde karıştırılmasıyla elde edilmiştir (Torabinejad ve ark 1995) (Resim 2.3). Deney gruplarının toz/ likit oranı çizelge 2.2'de gösterilmiştir.



Resim 2.3. Beyaz ProRoot™ MTA

Çizelge 2.2. Deney gruplarının toz/likit oranı.

	İçeriği
Grup 1	MTA (1 g) + Distile su (0,33 ml)
Grup 2	MTA (1g) + % 10 $CaCl_2$ (0,33 ml)
Grup 3	MTA (1 g) + % 15 Na_2HPO_4 (0,33 ml)
Grup 4	MTA (1 g) + % 10 Na_2CO_3 (0,33 ml)
Grup 5	MTA (1 g) + % 23,1 CLG (0,33 ml)

Grup 2 (% 10 $CaCI_2$) : Bu grup**,** Beyaz ProRoot MTA tozunun ağırlıkça % 10 $CaCI_2$ çözeltisiyle karıştırılması sonucu oluşturuldu (Bortoluzzi ve ark 2008). Ağırlıkça % 10 $CaCI_2$ çözeltisinin hazırlanabilmesi için aşağıda belirtilen "yoğunluk" ve "molarite" formülleri kullanıldı. Bu formüllerin sonucunda belirlenen ve hassas teraziyle ölçülen 13,76 gr ağırlığındaki $CaCl_2.2H_2O$ tozu cam beher içerisine konulup 100 ml hacme sahip olacak şekilde distile suyla tamamlandı. Hazırlanan çözelti homojen hale gelene kadar manyetik karıştırıcı (Yellowline, Dublin, İrlanda)'da karıştırıldı. % 10 $CaCI_2$ çözelti yapılan her test için taze hazırlandı (Resim 2.4). Beyaz ProRoot MTA tozu, hazırlanan çözelti ile toz/ likit oranı 3/1 olacak şekilde karıştırıldı.

$$d = \frac{m}{V}$$

d = yoğunluk (gr/cm^3)

m = cismin toplam kütlesi (gr)

V = cismin toplam hacmidir (cm^3)

$$M = n / V$$

M = Molarite

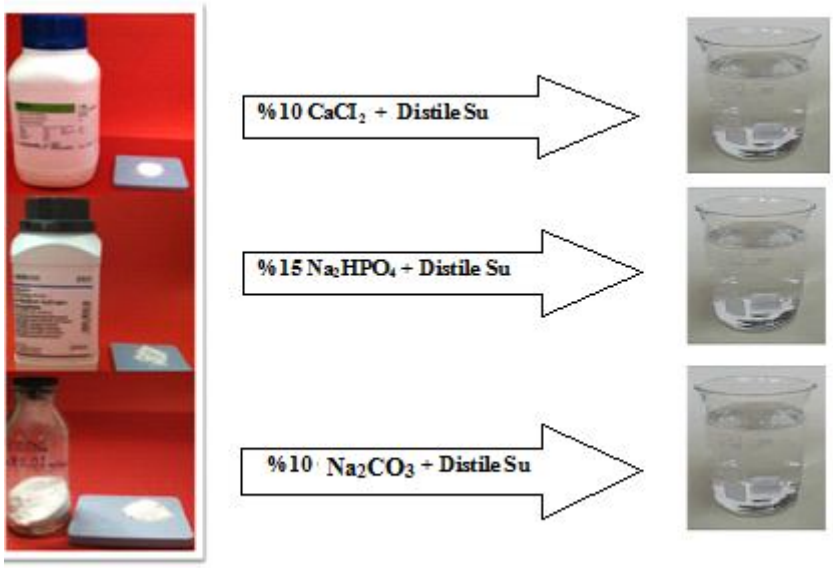
n = Mol sayısı

V = Hacim (cm^3)

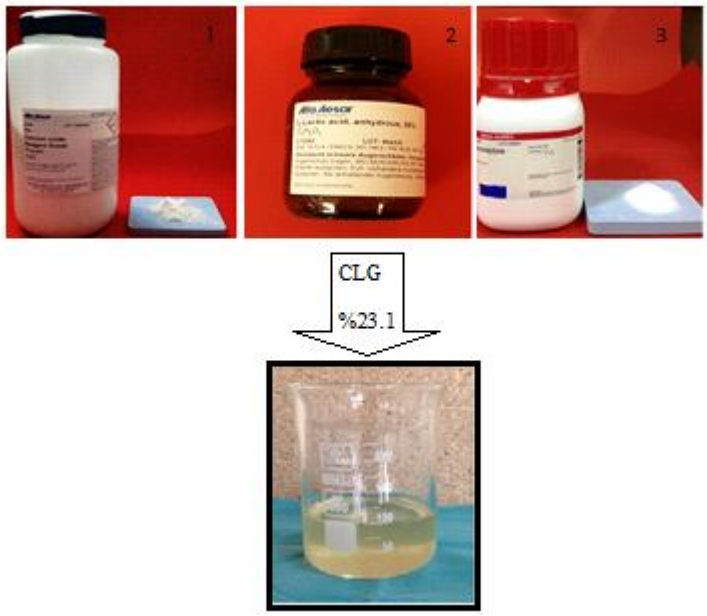
Grup 3 (% 15 Na_2HPO_4) : Bu grup**,** ProRoot MTA tozunun ağırlıkça % 15 Na_2HPO_4 çözeltisiyle karıştırılması sonucu oluşturuldu (Hsieh ve ark. 2010). Ağırlıkça % 15 Na_2HPO_4 çözeltisinin hazırlanabilmesi için yukarıda belirtilen "yoğunluk" ve "molarite" formülleri kullanıldı. Bu formüller sonucunda belirlenen ve hassas teraziyle ölçülen 22.50 gr ağırlığındaki Na_2HPO_4 tozu cam beher içerisine konulup 100 ml hacme sahip olacak şekilde distile suyla tamamlandı. Hazırlanan çözelti homojen hale gelene kadar manyetik karıştırıcı (Yellowline, Dublin, İrlanda)'da karıştırıldı. % 15 Na_2HPO_4 çözelti yapılan her test için taze hazırlandı (Resim 2.4). Beyaz ProRoot MTA tozu, hazırlanan çözelti ile toz/likit oranı 3/1 olacak şekilde karıştırıldı.

Grup 4 (% 10 Na_2CO_3) : Bu grup**,** ProRoot MTA tozunun ağırlıkça % 10 Na_2CO_3 çözeltisiyle karıştırılması sonucu oluşturuldu. Ağırlıkça % 10 Na_2CO_3 çözeltisinin hazırlanabilmesi için yukarıda belirtilen "yoğunluk" ve "molarite" formülleri kullanıldı. Bu formüller sonucunda belirlenen ve hassas teraziyle ölçülen 15,28 gr ağırlığındaki Na_2CO_3 tozu cam beher içerisine konulup üzerine 100 ml hacme sahip olacak şekilde distile su eklendi. Hazırlanan çözelti homojen hale gelene kadar manyetik karıştırıcı (Yellowline, Dublin, İrlanda)' da karıştırıldı. % 10 Na_2CO_3 çözelti yapılan her test için taze hazırlandı (Resim 2.4). Beyaz ProRoot MTA tozu, hazırlanan çözelti ile toz/ likit oranı 3/1 olacak şekilde karıştırıldı.

Grup 5 (% 23,1 CLG) : Bu grup**,** ProRoot MTA tozunun ağırlıkça % 23,1 CLG çözeltisiyle karıştırılması sonucu oluşturuldu (Kogan ve ark. 2009). Ağırlıkça % 23,1 CLG çözeltisinin hazırlanabilmesi için yukarıda belirtilen yoğunluk ve molarite formülleri kullanıldı. Bu işlemlerin sonunda 27,0 gr laktik asit ($C_3H_6O_3$) (MA=90,1 g/mol), 35,6 gr gulukondelta lakton ($C_6H_{10}O_6$) (MA= 178 g/mol) ve 15,28 gr kalsiyum oksid (CaO) (MA= 56,0 gr/mol) tartıldıktan sonra cam beher içerisine konulup 100 ml hacme sahip olacak şekilde distile suyla tamamlandı. Ön çalışmalar sonucunda % 23,1 CLG karışımı hazırlanırken önce kalsiyum oksid, laktik asit, en son da yavaş yavaş gulukondelta lakton konulması gerektiği, aksi halde çökelmelerin oluştuğu gözlendi. Çözelti yoğun bir kıvama sahip olması nedeniyle homojen bir şekilde karışabilmesi için manyetik karıştırıcıda karıştırıldı. % 23,1 CLG sıvı çözelti, yapılan her test için taze hazırlandı (Resim 2.5).



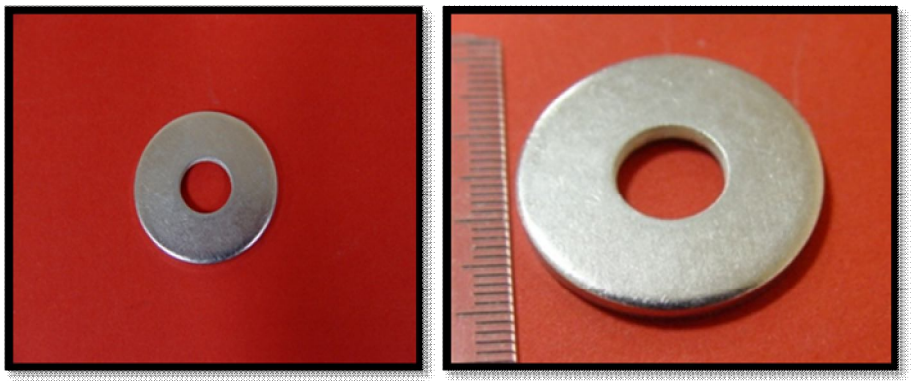
Resim 2.4. $CaCl_2$, Na_2HPO_4, Na_2CO_3 Çözeltileri



Resim 2.5. % 23,1 CLG Çözeltisi

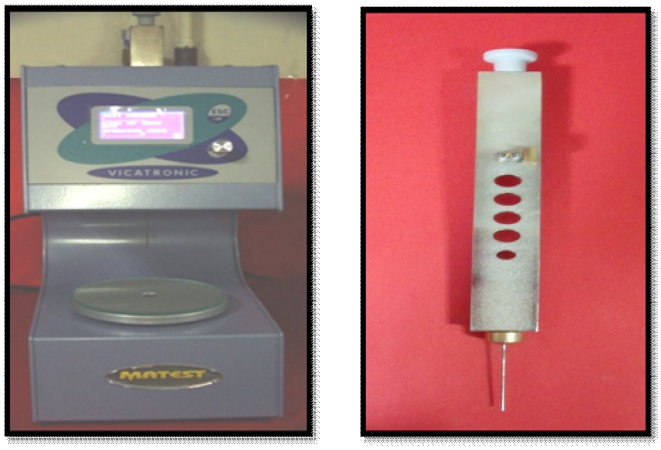
2.2. MTA Simanlarının Başlangıç ve Final Sertleşme Süresinin Ölçülmesi

Sertleşme süresinin ölçülmesi amacıyla örnek hazırlamada ANSI/ADA # 57 şartnamesi göz önünde tutulmuştur. Sertleşme süresinin ölçülmesinde aynı hacim ve şekli korumak amacıyla iç çapı 10 mm, kalınlığı ise 2 mm olan paslanmaz çelik kalıplar kullanıldı (Resim 2.6). Sertleşme süresi testi oda sıcaklığında (23±2^{o}C) gerçekleştirildi.



Resim 2.6. Paslanmaz Çelik Kalıplar

Sertleşme süresi otomatik Vicat cihazı ile ölçüldü (Resim 2.7). Ölçümlere başlamadan cihaz ve iğne; iğnenin batma derinliği, iğnenin iniş süresi ve iniş şekli parametreleri cihaza kaydedilerek kalibre edildi (Resim 2.8).



Resim 2.7. Otomatik Vicat Cihazı ve Vicat iğnesi

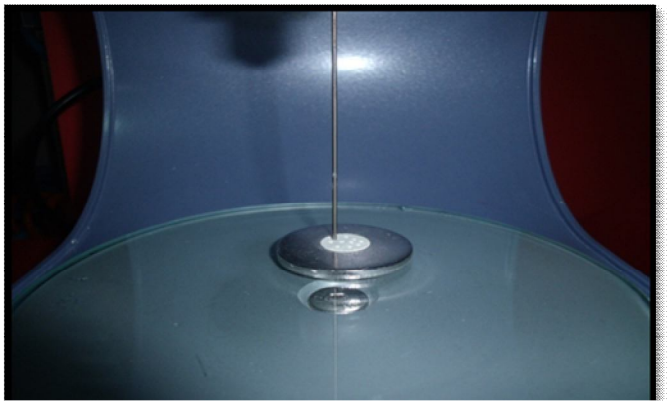


Şekil 2.8. Vicat cihazının kalibrasyonu.

İğnenin maksimum batma derinliği; kalıpların yüksekliği olan 2 mm olarak belirlendi. İğnenin iniş aralığı, yani sertleşme süresinin ölçüm aralığı, Kogan ve ark (2006)'nın çalışmasına göre 0 dk, 5 dk, 10 dk, 15 dk, 20 dk, 25 dk, 30 dk, 40 dk, 50 dk, 60 dk, 90 dk, 120 dk, 150 dk, 180 dk, 210 dk, 240 dk olarak belirlendi. 300 gr ağırlıkta 1,0 ± 0,2 mm çapında olan otomatik Vicat iğnesi "sürümlü mod" seçilerek ayarlandı (ASTM 2008) (Şekil 2.8).

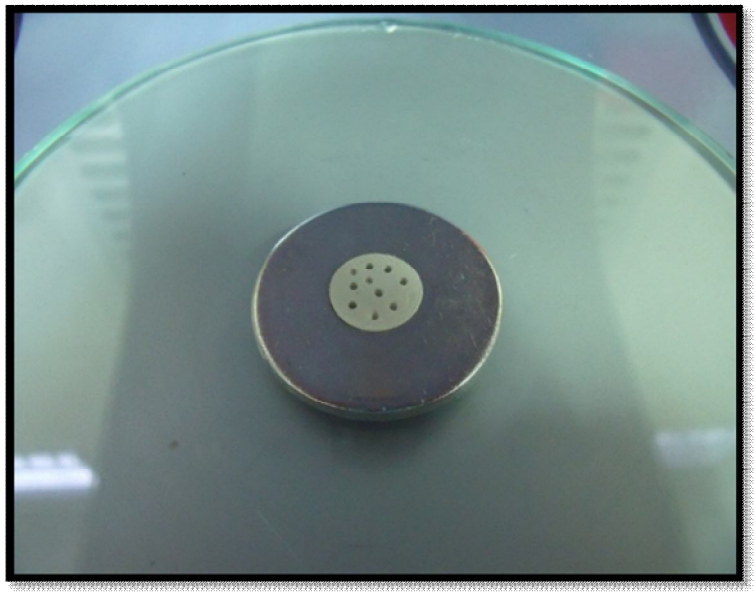
Simanlar 1±0,30 dk süreyle siman karıştırma camı üzerinde karıştırıldıktan sonra paslanmaz çelik kalıplara yerleştirildi (Torabinejad ve ark 1995). Simanlar kalıplara yerleştirildikten sonra, düzgün kenarlı bir siman spatülü ile düz bir yüzey oluşturuldu. Düz bir yüzey elde edildikten sonra başlangıç ve final sertleşme süresinin test edilmesine başlandı.

Otomatik Vicat iğnesi, cihazın çalışma prensibi gereği sürümlü modda simana dik açıyla batmasının ardından 5 sn süreyle siman içerisinde kalıp, sonra tekrar yükselmektedir (Resim 2.9). Otomatik Vicat cihazının ekranında batma işlemi gerçekleşirken, iğnenin siman içerisinde ne kadar ilerlediği görülmektedir. Başlangıç ve final sertleşme süreleri iğnenin belirlenen derinlikte ne kadar ilerleyebildiğine göre tayin edilmiştir.



Resim 2.9. Otomatik Vicat iğnesi örneğe yerleştirilirken

Otomatik Vicat iğnesinin simanın karıştırıldığı andan siman içerisinde tam derinliğe (2 mm) inemediği ana kadar geçen süre başlangıç sertleşme süresi olarak kaydedildi (Justnes ve Nygaard 1995) (Şekil 2.10). Alınan ölçümler sırasında otomatik Vicat iğnesinin ucu siman artığı kalmaması amacıyla her batma işleminin ardından pamuk ile basınç uygulamadan temizlendi. Bu test, her deney grubu için 10 kere tekrarlandı. Veriler otomatik Vicat cihazının yazıcı kısmından yazdırıldı.



Resim 2.10. Sertleşme süresi testinin sonunda elde edilen örneğin görüntüsü

Final sertleşme süresi de siman karıştırıldığı andan paslanmaz çelik kalıbın üst yüzeyinde 1 mm'den daha az derinlik oluşturana kadar geçen süre olarak kaydedildi (Hsieh ve ark 2009). Otomatik Vicat iğnenin batma aralığı 0 dk, 5 dk, 10 dk, 15 dk, 20 dk, 25 dk, 30 dk, 40 dk, 50 dk, 60 dk, 90 dk, 120 dk, 150 dk, 180 dk, 210 dk, 240 dk şeklindedir. Batma işlemleri sırasında 1 mm'den az derinlik alındığında, 90 sn içerisinde ek iki ölçüm daha alınarak test sonlandırıldı. Bu ölçümler, her deney grubu için 10 kere tekrarlandı. Veriler otomatik Vicat cihazının yazıcısında yazdırıldı.

2.3. MTA Simanlarının Push-Out Testi İle Kök Dentinine Bağlanma Dayanımın Test Edilmesi

2.3.1. Diş Örneklerinin Hazırlanması

Bu çalışmada kullanılmak üzere 100 adet tek köklü apikal gelişimi tamamlanmış düz kanallara sahip insan dişi seçildi. Her bir grup 20 adet dişten oluşmaktadır. Gözle yapılan değerlendirme sonucu kök çürüğü, kırığı veya çatlağı olan dişler çalışmaya dahil edilmedi. Dişlerin üzerlerindeki debris ve yumuşak doku eklentileri, kretuvar ve pomza-lastik yardımıyla uzaklaştırıldı. Dişler akrilik bloklara sabitlendi ve bu akrilik bloklar Isomet cihazına (Buhler, Isomet, Antalya) yerleştirildi. Daha sonra düşük hızda (200 rpm) su soğutması altında çalışan kesit cihazı ile dişlerin kuronları mine-sement sınırı seviyesinden uzaklaştırıldı. Köklerin orta üçlüsü yatay olarak kesilerek 2 mm kalınlıkta dentin diskleri elde edildi (Resim 2.11).



Resim 2.11. Kökten elde edilen dentin diski

Elde edilen dentin disklerinin, kanal boşluğu #5 Gates Glidden frez ile 1,3 mm çapında standart kaviteler elde edilecek şekilde genişletildi. Ardından debrisin uzaklaştırılması için ultrasonik cihazda % 1'lik NaOCI ve serum fizyolojik ile yıkandı. Dentin diskleri hava ile kurutularak dolguya hazır hale getirildi. Kontrol grubu ve hızlandırıcı ilave edilmiş simanlar elde edilen dentin disklerine yerleştirildi. Örneklerin alt ve üst kısmı nemli gazlı bezle kapatılarak simanın tamamen katılaşması sağlandı. Örnekler 72 saat boyunca etüvde (EN 120,Konya, Türkiye) 37^{o}C de bekletildi (Hsieh ve ark 2009).

2.3.2. Push-out Test Düzeneğinin Hazırlanması

Push-out test düzeneği iki kısımdan oluşmaktadır. Birinci kısım, Universal test cihazının (Universal, Beyhekim, Türkiye) üst koluna bağlanan 10,82 cm boyunda 14,8 mm çapında ve ucunda dentin disklerine kuvvet uygulayan 1 mm çapında silindirik paslanmaz çelik uçtur (Resim 2.12, Resim 2.13). İkinci kısım, test cihazının alt koluna bağlanan ve dentin diskinin yerleştirildiği 2,5 cm yüksekliğinde, 5 mm x 7 mm çapında üzerinde 1,5 mm çapında bir delik bulunan paslanmaz çelik dikdörtgen parçadır (Resim 2.13).



Resim 2.12. Universal test cihazı



Resim 2.13. Push-out bağlanma dayanımı test düzeneği

Dentin diski apikal yüzü kuvvet uygulanacak tarafa bakacak şekilde silindirik zeminin ortasındaki delik üzerine yerleştirildi, siyonakrilat yapıştırıcı ile paslanmaz çelik tablaya sabitlendi. Dentin disklerinin merkezindeki kök kanal dolgusu üzerine konumlandırılan 1 mm çapındaki metal uç vasıtasıyla 1 mm/dk'lık hız ile MTA simanı kanaldan bütünüyle uzaklaşana kadar kuvvet uygulandı (Resim 2.13). Maksimum mukavemet değeri Newton cinsinden kaydedildi ve test makinesi tarafından kaydedilen yük/zaman eğrisindeki ani düşüş ile doğrulandı.

Bağlanma dayanımını MPa birimine dönüştürme için her bir diskin bağlanma yüzey alanları mm^2 cinsinden hesaplandı. Disklerin yüksekliği 0,001 mm hassasiyetindeki dijital kumpas ile ölçülerek kök kanal dolgusunun bağlanma yüzey alanı hesaplandı.

$$\text{Bağlanma Dayanımı} = F/2.\pi.r.h$$

F= Uygulanan Kuvvet (Newton), kanal dolgusunu kanaldan uzaklaştıran maksimum kuvvet

π=3,14

r = kök kanal yarıçapı

h = dentin diskinin yüksekliği

2.3.3. Kırık Tiplerinin Belirlenmesi

Push-out testinden sonra tüm kesitlerin kuronal ve apikal yüzleri X40 büyütmede stereomikroskop (Olympus SZ4045 TRPT Olympus, Osaka, Japan) altında incelendi. Bu şekilde, eş parçalardaki kopma yüzeyleri incelenmiş ve kopma tipi açısından üç kategoriye ayrıldı (Guneser ve ark 2013).

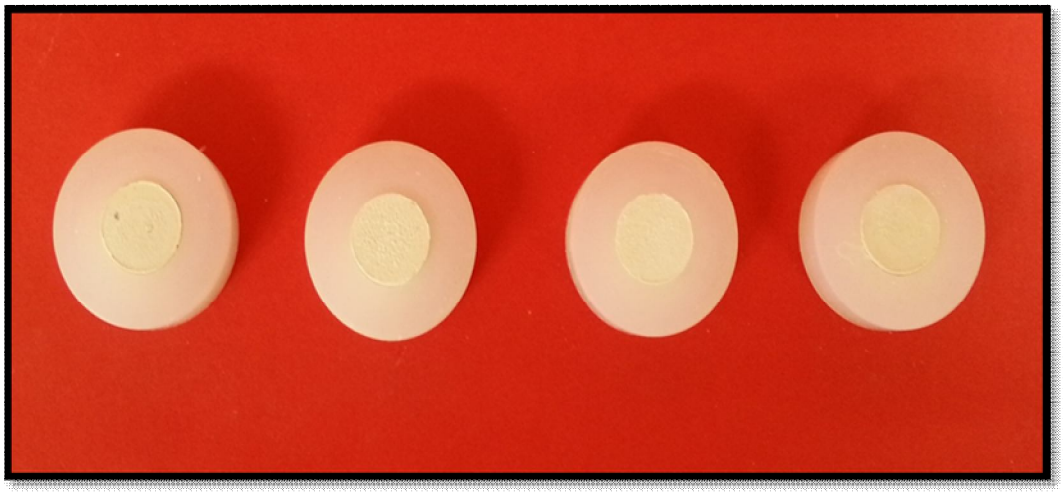
I. Tip- Adeziv, deney materyali ve dentin ara yüzeyinden kopma;

II. Tip- Koheziv, deney materyali veya içerisinden kopma;

III. Tip- Karma, hem adeziv hem de koheziv kopmanın birlikte gerçekleşmesi

2.4. pH Değerinin Test Edilmesi

pH değerlerini ölçmek için pH metre ve elektrodu (Microcomputer pH, Temp meter 6171, Suntex, Taiwan) kullanıldı. pH ölçümünden önce elektrod, pH değeri 4.0, 7.0 ve 12.0 olan standart solüsyonlar kullanılarak kalibre edildi. Dört deney, bir kontrol grubuna ait hazırlanan simanlar her gruptan dört adet örnek olacak şekilde, silindirik 6 mm çap ve 12 mm yükseklikteki teflon kalıplara yerleştirildi (Resim 2.14) (Hsieh ve ark 2009).



Resim 2.14. pH ölçümü için hazırlanmış siman örnekleri

Siman yerleştirilmiş teflon kalıplar 60 mL distile su içeren cam şişelerin içerisine yerleştirildi (Hsieh ve ark 2009). Örneklerin olduğu şişeler ölçümlerden hemen önce 200 rpm devirde 30 sn vortekslendi (MS1 minishaker, IKA- WORKS, Inch, USA). Ölçüm sırasında, elektrod örneğin bulunduğu şişelere yerleştirildi (Resim 2.15).



Resim 2.15. pH metre ve elektrodu

pH metrenin ekranındaki görülen değer sabitlendikten sonra pH değeri olarak kaydedildi. Her ölçüm arasında elektrot, distile suyla yıkanıp ardından kurutuldu ve ölçümler 1 dk, 5 dk, 10 dk, 24 s, 1 hafta ve 2 hafta olacak şekilde belirlenen aralıkta yapıldı. Ölçümler arasında örnekler 37^{o}C sıcaklıkta etüvde bekletildi (EN 120,Konya, Türkiye) (Aydemir ve Duran 1996).

2.5. X Işını Kırınım (XRD) Faz Analizi

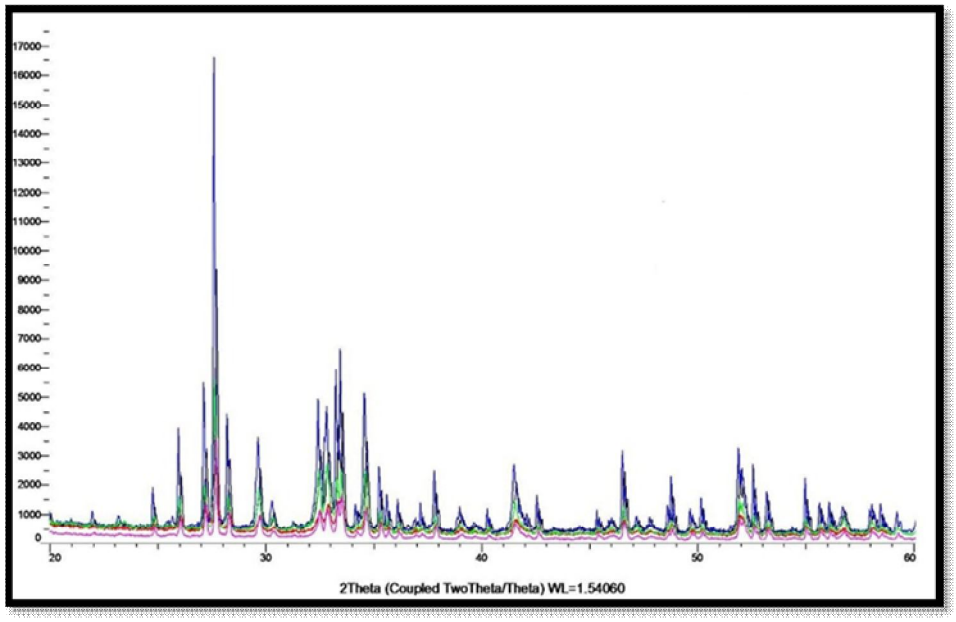
Farklı hızlandırıcılarla hazırlanan MTA simanının hidratasyon fazlarının anlaşılabilmesi için X ışınımı kırınım cihazı (Bruker, D8 Advance, USA) kullanıldı (Resim 2.16). Hazırlanan MTA simanlarının katılaşması için, örnekler 1 gün süreyle 37^{o}C'lik inkübatörde bekletildi. Ding ve ark (2008)'nın tarif ettiği şekilde örnekler toz haline gelene kadar metal düz bir spatula ile ezildi.



Resim 2.16. X ışını kırınım cihazı

Toz örnekler XRD cihazının örnek tutucuların içine yerleştirildi. XRD cihazı Ni filtresiyle ve CuKα radyasyonuyla (k-0.154 nm) 30Kv ve 30mA akımda kullanıldı. Sapma ve dağılma açısı 1^{o} olarak ayarlandı. Tarama aralığı 20^{o} ve 70^{o} olarak ve 2θ aralıkta sürekli tarama için saçılma hızı 2^{o}/dk olarak ayarlandı (Ding ve ark 2008).

Oluşturulan deney gruplarının Bismit (BiO), Alit (C3S), Belit (C2S), Aluminit (C3A) fazlarındaki pik değerleri ve açıları grafik şeklinde elde edildi (Şekil 2.1).



Şekil 2.1. X ışını kırınım analizi.

2.6. SEM Analizi

Farklı hızlandırıcılarla karıştırılan MTA simanın yüzey morfolojisi ve partikül boyutları hakkında detaylı bilgi alabilmek amacıyla SEM analizi yapılmıştır. Kontrol ve hızlandırıcı eklenmiş her gruptan ikişer örnek olacak şekilde simanlar karıştırıldı. Simanlar bir gün süreyle 37^{o}C kuru sıcak havada kurutulup yüzeyleri havasız bir ortamda altın film ile kaplandı (Resim 2.17). İncelemeler x5000 büyütmede SEM (LEO 440, Leike Zeiss, K61n, Almanya) ile yapıldı ve her örnekten 2 fotomikrograf alındı (Pisani-Proença ve ark 2011).



Resim 2.17. Deney gruplarının altın film ile kaplanmış görüntüsü

2.7. İstatiksel Analiz

Bu çalışmanın istatistiksel analizi Selçuk Üniversitesi Fen- Edebiyat Fakültesi İstatistik Bölümü tarafından yapıldı.

Deney gruplarının başlangıç sertleşme süresi ve son sertleşme süresi testlerinin karşılaştırılması parametrik olmayan Kruskall-Wallis H testi ve ikili karşılaştırmalar Mann-Whitney U testi ile yapıldı.

Deney gruplarının push-out bağlanma dayanımı testi Kruskall-Wallis H testi ve ikili karşılaştırmalar Mann-Whitney U testi ile yapıldı. İstatistiksel fark 0,05 anlamlılık düzeyine göre gösterilmiştir.

Deney gruplarının pH ölçümü için tekrarlı varyans analizi ve ikili karşılaştırmalarda Duncan yöntemi ile yapılmış ve 0,05 anlamlılık düzeyine göre farklılık gösterilmiştir.

3.BULGULAR

Bu çalışmada farklı hızlandırıcıların MTA'nın sertleşme süresine ve fiziko-kimyasal özelliklere etkisi değerlendirildi. Elde edilen bulgular 5 başlık altında sunuldu;

* Başlangıç sertleşme ve final sertleşme süresine ait bulgular
* Kök kanal dentinine bağlanma dayanımına ait bulgular
* pH değerine ait bulgular
* X ışını kırınım faz analizine ait bulgular
* SEM analizine ait görüntüler

3.1. Sertleşme Süresi Bulguları

3.1.1. Başlangıç Sertleşme Süresi Bulguları

Hızlandırıcı eklenmiş MTA deney ve kontrol grubunun başlangıç sertleşme sürelerinin arasında istatistiksel açıdan fark olup olmadığını belirlemek amacıyla Kruskal Wallis H testi uygulandı ve gruplar arasında istatistiksel olarak fark olduğu tespit edildi ($p< 0,05$) (Çizelge 3.1).

Çizelge 3.1. Kruskal Wallis H testi sonuçları.

	Ki- Kare	**Serbestlik Derecesi**	**p**
Gruplar Arası	33,95	4	0,000

$p<0,05$ istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir.

Gruplar arasında fark olduğunun tespit edilmesi üzerine, farklılıkların hangi gruplar arasında olduğunu bulabilmek için Post-Hoc Mann-Whitney *U* testi yapıldı.Test edilen kontrol, % 10 Na_2CO_3 , % 10 $CaCI_2$, % 15 Na_2HPO_4, % 23,1 CLG deney gruplarının başlangıç sertleşme süresi ortalama değerleri Çizelge 3.2'de ve Şekil 3.1'de gösterilmiştir.

Çizelge 3.2. Başlangıç sertleşme süresi ortalamaları ve standart sapma değerleri.

Gruplar	n	Başlangıç Sertleşme Süresi (dk)	Standart Sapma (SS)
Kontrol	10	5,50 [a]	1,58
% 10 Na_2CO_3	10	0,00 [b]	0,00
% 10 $CaCI_2$	10	8,50 [c]	2,41
% 15 Na_2HPO_4	10	4,00 [a]	2,10
% 23,1 CLG	10	3,00 [a]	2,58

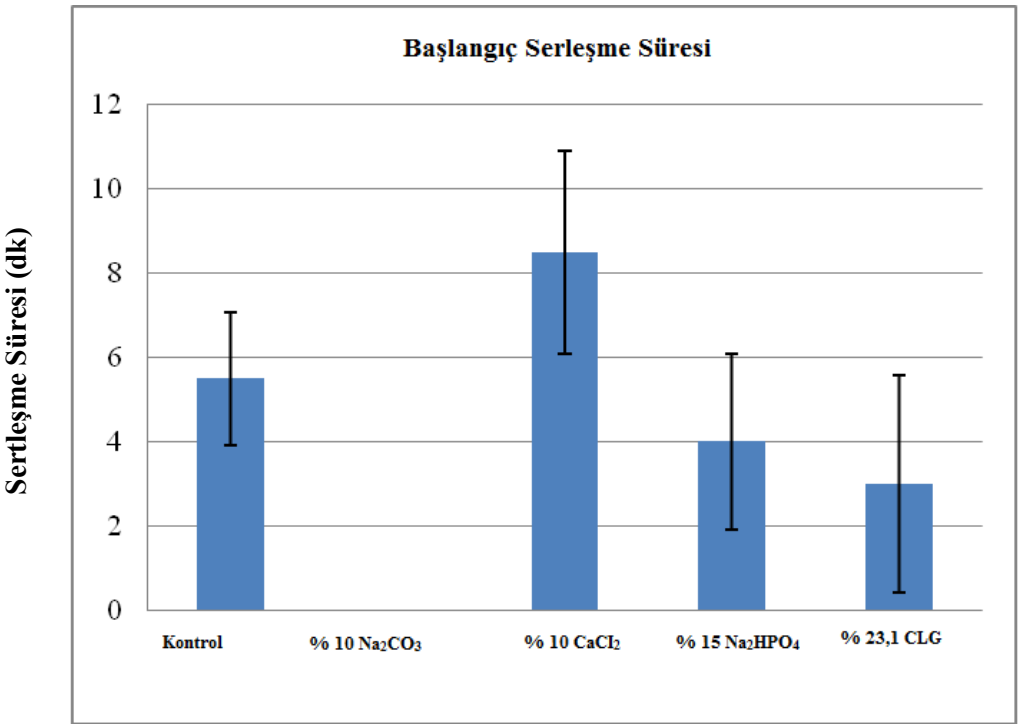
Farklı harfler arasında istatistiksel olarak anlamlı fark mevcuttur.

Deney grupları arasında en uzun başlangıç sertleşme süresi değeri % 10 $CaCI_2$ grubu, en kısa başlangıç sertleşme süresi değerini ise % 10 Na_2CO_3 deney grubuna aittir.

% 10 $CaCI_2$ deney grubunun başlangıç sertleşme süresi kontrol grubu, % 15 Na_2HPO_4, % 10 Na_2CO_3, % 23,1 CLG deney gruplarının başlangıç sertleşme süresinden daha uzundur. % 10 $CaCI_2$ deney grubunun başlangıç sertleşme süresi ortalama değerleri ile diğer gruplar arasındaki başlangıç sertleşme süresi ortalama değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulundu ($p<0,05$).

% 10 Na_2CO_3 deney grubunun başlangıç sertleşme süresi; kontrol grubu, % 15 Na_2HPO_4, % 10 $CaCI_2$, % 23,1 CLG deney gruplarının başlangıç sertleşme süresinden daha kısadır. % 10 Na_2CO_3 deney grubunun başlangıç sertleşme süresi ortalama değerleri ile diğer grupların ortalama değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı fark gözlendi ($p<0,05$).

Kontrol grubu, % 15 Na_2HPO_4, % 23,1 CLG gruplarının başlangıç sertleşme süresi ortalama değerleri arasında başlangıç sertleşme süreleri açısından istatistiksel olarak anlamlı fark olmadığı görüldü ($p>0,05$). % 15 Na_2HPO_4 deney grubu başlangıç sertleşme süresi ortalama değerleri, % 10 Na_2CO_3, % 10 $CaCI_2$ grupları başlangıç sertleşme süresi ortalama değerleri arasında ise istatistiksel olarak fark gözlendi ($p<0,05$).



Şekil 3.1. Başlangıç sertleşme süresi dağılımları.

3.1.2. Final Sertleşme Süresi Bulguları

Hızlandırıcı eklenmiş MTA deney ve kontrol grubunun final sertleşme sürelerinin arasında istatistiksel açıdan fark olup olmadığını belirlemek amacıyla Kruskal Wallis H testi uygulandı ve gruplar arasında istatistiksel olarak farklılık olduğu tespit edildi ($p<0,05$) (Çizelge 3.3).

Çizelge 3.3. Kruskal Wallis H testi sonuçları.

	Ki- Kare	**Serbestlik Derecesi**	**p**
Gruplar Arası	**39,12**	**4**	**0,000**

$p<0,05$ istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir.

Gruplar arasında farklılık olduğunun tespit edilmesi üzerine, farklılıkların hangi deney grubu arasında olduğunu bulabilmek için Post-Hoc Mann-Whitney *U* testi yapıldı. Test edilen kontrol, % 10 Na_2CO_3 , % 10 $CaCI_2$, % 15 Na_2HPO_4, % 23,1 CLG deney gruplarının final sertleşme süresi ortalama değerleri Çizelge 3.4 ve dağılımları Şekil 3.2'de verildi.

Çizelge 3.4. Final sertleşme süresi ortalamaları ve standart sapmaları.

Gruplar	**n**	**Başlangıç Sertleşme Süresi (dk)**	**Standart Sapma (SS)**
Kontrol	10	71,00 [a]	16,63
% 10 Na_2CO_3	10	54,00 [b]	6,99
% 10 $CaCI_2$	10	51,00 [b]	5,67
% 15 Na_2HPO_4	10	43,00 [c]	4,83
% 23,1 CLG	10	22,00 [d]	5,37

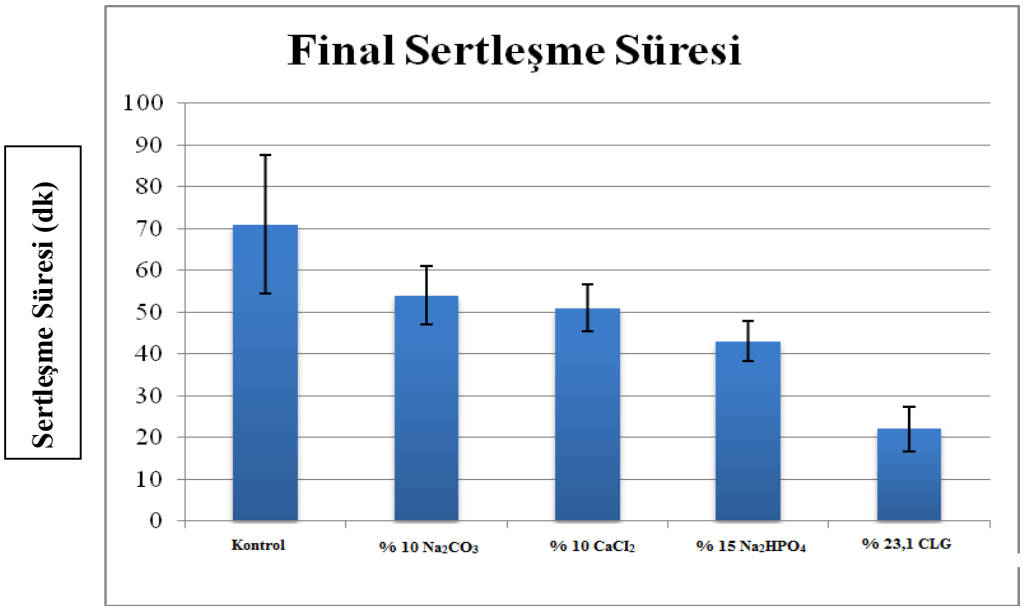
Farklı harfler arasında istatistiksel olarak anlamlı fark mevcuttur.

Deney grupları arasında en uzun final sertleşme süresi değerini kontrol grubunda en kısa final sertleşme süresi değeri ise % 23,1 CLG grubunda görüldü (Grafik 3.2).

Deney grupları arasında en kısa sertleşme süresi değerine sahip ikinci grup % 15 Na_2HPO_4'tür. % 15 Na_2HPO_4 deney grubunun final sertleşme süresi ortalama değerleri, kontrol grubu, % 10 $CaCI_2$, % 10 Na_2CO_3 ve % 23,1 CLG deney gruplarının ortalama değerlerinden kısadır. Final sertleşme süresi ortalama değerleri % 15 Na_2HPO_4 deney grubu ile diğer gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmuştur ($p<0,05$).

% 10 $CaCI_2$ ve % 10 Na_2CO_3 deney grupları final sertleşme süresi ortalama değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmadı ($p>0,05$). % 10 $CaCI_2$ ve % 10 Na_2CO_3 deney gruplarının final sertleşme süresi ortalama değerleri ile kontrol deney grubu, % 15 Na_2HPO_4, % 23,1 CLG deney gruplarının final sertleşme süresi ortalama değerleri arasında istatistiksel olarak fark olduğu görüldü ($p<0,05$).

% 23,1 CLG deney grubunun final sertleşme süresi ortalama değerleri ile kontrol, % 15 Na_2HPO_4, % 10 $CaCI_2$, % 10 Na_2CO_3 deney grupları final sertleşme süresi ortalama değerleri arasında ise istatistiksel olarak fark olduğu görüldü ($p<0,05$).



Şekil 3.2. Final sertleşme süresi dağılımları

3.2. MTA'nın Kök Kanal Dentini ile Bağlanma Dayanımına Ait Bulguları

Push-out testi sonucunda, MTA deney gruplarının kök kanal dentini ile olan bağlanma dayanımlarının karşılaştırılmasında uygulanan Kruskall- Wallis H testi sonucunda gruplar arasında istatistiksel olarak fark olduğu tespit edildi ($p< 0,001$) (Çizelge 3.5)

Çizelge 3.5. Kruskal Wallis H testi sonuçları.

	Ki- Kare	**Serbestlik Derecesi**	**p**
Gruplar Arası	72,30	4	0,000

$p<0,05$ istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir.

Gruplar arasındaki farklılıkların hangi deney grubu arasında olduğunu bulabilmek için Post-Hoc Mann-Whitney U testi yapıldı. Elde edilen ortalama bağlanma dayanımı değerleri Çizelge 3.6'de ve Şekil 3.3'de dağılımları verildi.

Çizelge 3.6. Kök kanal dentinine ait bağlanma dayanımı ortalamaları (MPa) ve Standart Sapma.

Gruplar	**n**	**Bağlanma Dayanımı (MPa)**	**Standart Sapma (SS)**
Kontrol	20	3,28 [a]	0,92
% 10 Na_2CO_3	20	9,91 [b]	2,91
% 10 $CaCI_2$	20	2,73 [a]	0,91
% 15 Na_2HPO_4	20	4,77 [c]	1,39
% 23,1 CLG	20	1,36 [d]	0,43

Farklı harfler arasında istatistiksel olarak anlamlı fark mevcuttur.

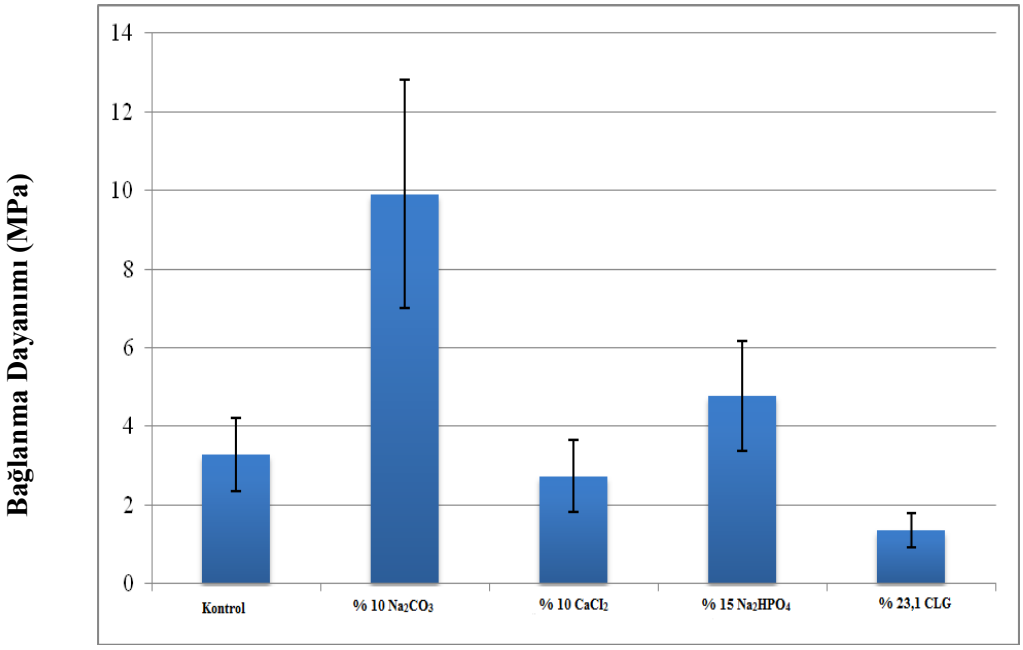
Deney grupları arasında en yüksek ortalama bağlanma dayanımı değerini % 10 Na_2CO_3 grubu, en düşük ise % 23,1 CLG grubu gösterdi.

% 10 Na_2CO_3 deney grubu bağlanma dayanımı ortalama değerleri ile kontrol grubu, % 10 $CaCI_2$, % 15 Na_2HPO_4, % 23,1 CLG deney grupları ortalama bağlanma dayanımı değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmuştur ($p<0,05$).

% 23,1 CLG deney grubu; kontrol grubu, % 10 $CaCI_2$, % 15 Na_2HPO_4, % 10 Na_2CO_3 deney gruplarından daha düşük bağlanma dayanımı göstermiştir. Bu sonuç gruplar arasında istatistiksel olarak fark bulunmasına neden olmuştur ($p<0,05$).

Kontrol deney grubu ve % 10 $CaCI_2$ deney gruplarının bağlanma dayanım ortalama değerleri arasında ise istatistiksel olarak anlamlı fark olmadığı görüldü ($p>0,05$).

Kontrol, % 10 $CaCI_2$ deney gruplarının bağlanma dayanımı ortalama değerleri ile % 23,1 CLG, % 15 Na_2HPO_4, % 10 Na_2CO_3 deney gruplarının bağlanma dayanımı ortalama değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulundu ($p<0,05$).



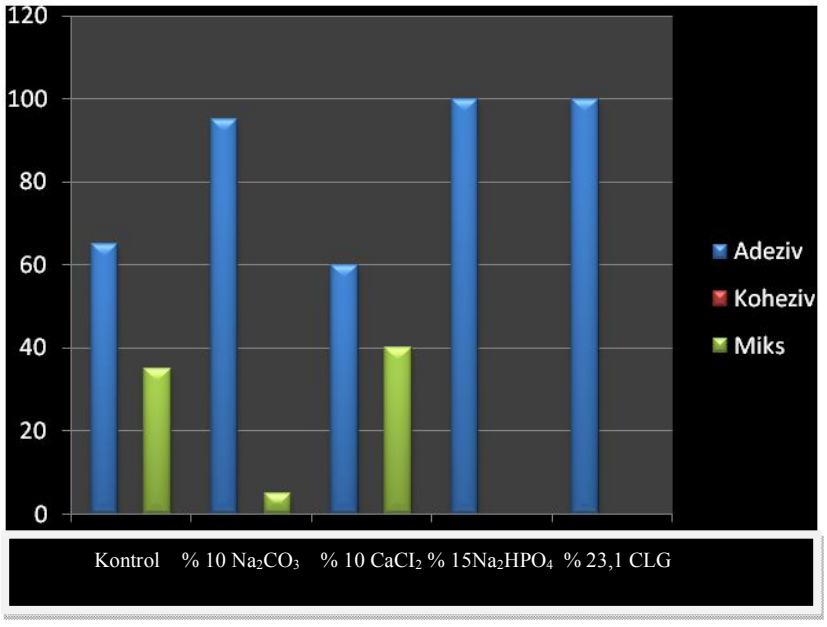
Şekil 3.3. MTA Deney gruplarının Kök Kanal Dentine Bağlanma Dayanımları (MPa)

Bağlanma dayanımı testi sonucunda örneklerin kırılma tipleri stereomikroskopla X40 büyütmeyle değerlendirildi (Çizelge 3.7, Şekil 3.4).

Elde edilen sonuçlara göre kontrol grubu ve diğer tüm gruplarda adeziv tip kırılma, koheziv ve miks kırılmadan fazla görülmüştür. MTA kontrol ve deney gruplarında kırılma tipleri arasında koheziv başarızlık görülmemiştir.

Çizelge 3.7. Kırılma tipleri (%).

Gruplar	**Kırılma tipi (%)**		
	Adeziv	**Koheziv**	**Miks**
Kontrol	65	0	35
% 10 Na_2CO_3	95	0	5
% 10 $CaCI_2$	60	0	40
% 15 Na_2HPO_4	100	0	0
% 23,1 CLG	100	0	0



Şekil 3.4. Kırılma tipleri analizi

3.3. pH analizi

Hızlandırıcı eklenmiş MTA deney ve kontrol gruplarının 1 dk, 5 dk, 10 dk, 24 saat, 48 saat, 72 saat, 1 hafta ve 2 haftanın sonunda elde edilen pH değerleri arasında istatistiksel açıdan fark olup olmadığını belirlemek amacıyla tek yönlü Anova testi uygulandı ve gruplar arasında istatistiksel olarak fark olduğu tespit edildi ($p<0,05$).

Gruplar arasında fark olduğunun tespit edilmesi üzerine, farklılıkların hangi deney grubu arasında olduğunu bulabilmek için Post-Hoc Duncan testi yapıldı. Test edilen kontrol, % 10 Na_2CO_3, % 10 $CaCI_2$, % 15 Na_2HPO_4, % 23,1 CLG deney gruplarının pH ortalama değerleri Çizelge 3.8 ve dağılımları Şekil 3.5'de verildi.

Birinci dakikada yapılan ölçümlerde en yüksek pH değeri kontrol grubunda, en düşük pH değeri ise % 10 Na_2CO_3 grubunda görülmüştür. Kontrol deney grubu pH değeri ortalaması ile diğer grupların pH değeri ortalaması arasında istatistiksel olarak anlamlı derecede fark bulunmuştur ($p<0.05$). % 10 $CaCI_2$, % 10 Na_2CO_3, % 15 Na_2HPO_4, % 23,1 CLG grupları pH değeri ortalamaları arasında istatistiksel olarak fark bulunmadı ($p>0,05$).

Beşinci dakikada yapılan ölçümlerde en yüksek pH değeri kontrol grubunda görülmüştür. Kontrol deney grubu pH değeri ortalaması ile diğer grupların pH değeri ortalaması arasında istatistiksel olarak anlamlı derecede fark bulunmuştur ($p<0,05$). % 10 $CaCI_2$, % 10 Na_2CO_3, % 15 Na_2HPO_4, % 23,1 CLG grupları pH değeri ortalamaları arasında istatiksel olarak anlamlı bir fark bulunmadı ($p>0,05$)

Onuncu dakikada yapılan ölçümlerde en yüksek pH değerine kontrol grubu, en düşük değere ise % 23,1 CLG sahiptir. Kontrol grubundan sonra en yüksek pH değerleri % 10 Na_2CO_3, % 10 $CaCI_2$ gruplarına aittir. % 10 Na_2CO_3, % 10 $CaCI_2$ gruplarının pH değeri ortalamaları istatistiksel olarak % 15 Na_2HPO_4, % 23,1 CLG gruplarının ortalamalarından farklı bulunmuştur ($p<0,05$).

Yirmi dördüncü saatte yapılan ölçümlerde kontrol grubu, % 10 Na_2CO_3, % 15 Na_2HPO_4 deney grupları en yüksek, % 23,1 CLG grubu en düşük pH değerine sahip olduğu gözlendi. % 10 $CaCI_2$, % 23,1 CLG deney gruplarının pH değeri ortalamaları ile % 10 Na_2CO_3, % 15 Na_2HPO_4 deney gruplarının pH değeri ortalamaları arasında istatistiksel olarak fark bulunmuştur ($p<0,05$).

Kırk sekizinci saatte yapılan ölçümlerde en yüksek pH değeri kontrol, en düşük pH değeri % 23,1 CLG grubunda görülmüştür. % 23,1 CLG deney grubu istatistiksel olarak diğer gruplardan farklı bulunmuştur ($p<0,05$). Kontrol grubu, % 10 $CaCI_2$, % 10 Na_2CO_3 ve % 15 Na_2HPO_4 gruplarının pH değeri ortalamaları istatistiksel olarak farklı bulunmamıştır ($p>0,05$).

Yetmiş ikinci saatte yapılan ölçümlerde en yüksek pH değeri kontrol ve % 10 Na_2CO_3 grubunda, en düşük pH değeri % 23,1 CLG grubunda görülmüştür. % 23,1 CLG deney grubu istatistiksel olarak diğer gruplardan farklı bulunmuştur ($p<0,05$). Kontrol grubu, % 10 $CaCI_2$, % 10 Na_2CO_3 ve % 15 Na_2HPO_4 gruplarının pH değeri ortalamaları arasında istatistiksel olarak fark yoktur ($p>0,05$).

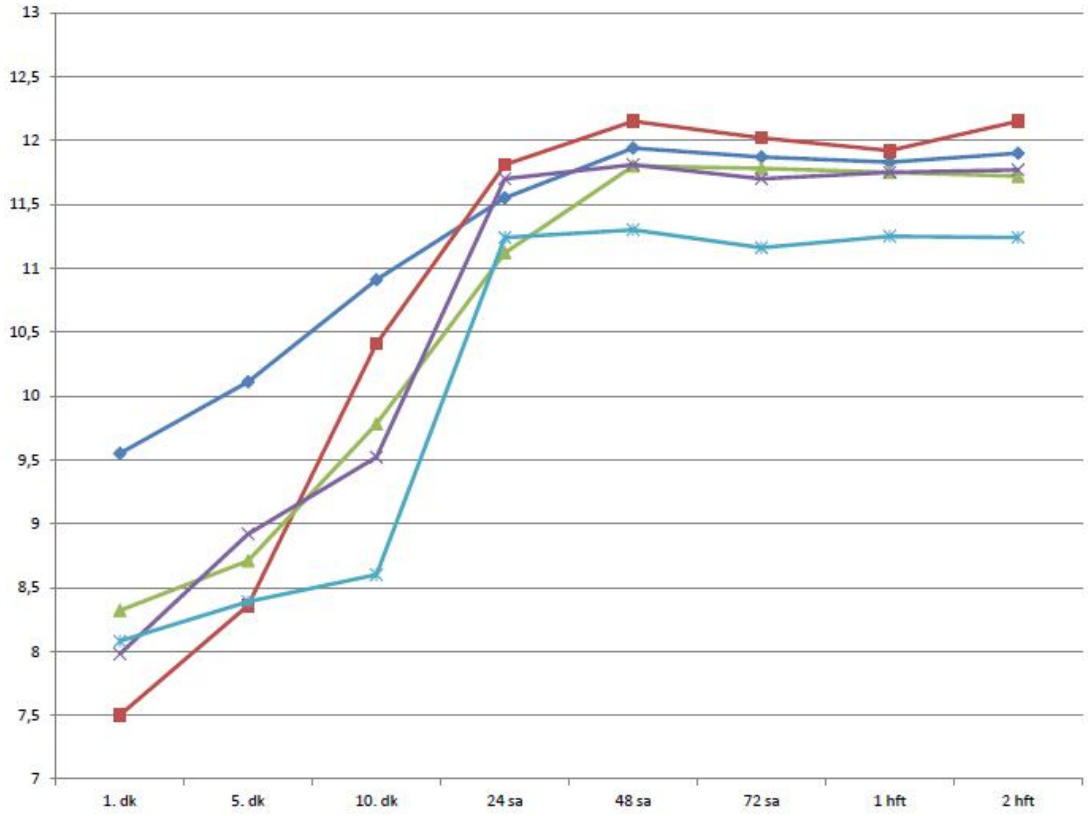
Birinci haftada yapılan ölçümlerde en yüksek pH değeri % 10 Na_2CO_3, en düşük pH değeri % 23,1 CLG grubunda aittir. Kontrol grubu, % 10 $CaCI_2$, % 10 Na_2CO_3 ve % 15 Na_2HPO_4 grupları arasında istatistiksel olarak fark yoktur ($p>0,05$).

İkinci haftada yapılan ölçümlerde en yüksek pH değeri % 10 Na_2CO_3, en düşük pH değeri ise % 23,1 CLG grubunda gözlenmiştir. % 23,1 CLG grubu ile diğer deney grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı farklı bulunmuştur ($p<0,05$). Kontrol grubu, %10 $CaCI_2$, % 10 Na_2CO_3 ve % 15 Na_2HPO_4 deney grupları pH değeri ortalamaları arasında istatistiksel olarak fark yoktur ($p>0,05$).

Çizelge 3.8. pH değerleri ortalamaları ve standart sapmaları (SS).

ZAMAN / GRUP	1.dk	5. dk	10. dk	24 saat	48 saat	72 saat	1 hafta	2 hafta
Kontrol	9,53±0,26[a]	10,11±0,43[a]	10,91±0,42[a]	11,88±0,2[a]	12,0±0,33[a]	12,0±0,49[a]	12,0±0,36[a]	12,02±0.36[a]
% 10 $CaCI_2$	8,32±0,69[b]	8,71±1,30[b]	9,78±1,2[a,b,c]	11,12± 0,4[b]	11,78±0,2[a]	11,7±0,21[a]	11,8±0,29[a]	11.72±0.27[a]
% 10Na_2CO_3	7,50± 0,41[b]	8,36±0,09[b]	10,41±0,1[a,b]	11,81± 0,0[a]	11.92±0,09[a]	12,0±0,09[a]	12,0±0,08[a]	12.04±0.07[a]
%15 Na_2HPO_4	7,98±0,60[b]	8,92±0,33[b]	9,52±0,4[b,c]	11,7±0,05[a]	11,70± 0,03[a]	11,7±0,05[a]	11,8±0,08[a]	11.7 ± 0.08[a]
% 23,1 CLG	8,08±0,13[b]	8,39 ±0,40[b]	8,60±0,40[c]	11,24±0,1[b]	11,16± 0,19[b]	11,2±0,21[b]	11,3± 0,1[b]	11.24±0.12[b]
p	**p=0,004**	**p=0, 046**	**p=0,015**	**p=0,008**	**p=0,004**	**p=0,007**	**p=0,010**	**p= 0.008**

p<0,05 istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir.
Farklı harfler arasında istatistiksel olarak anlamlı fark mevcuttur.



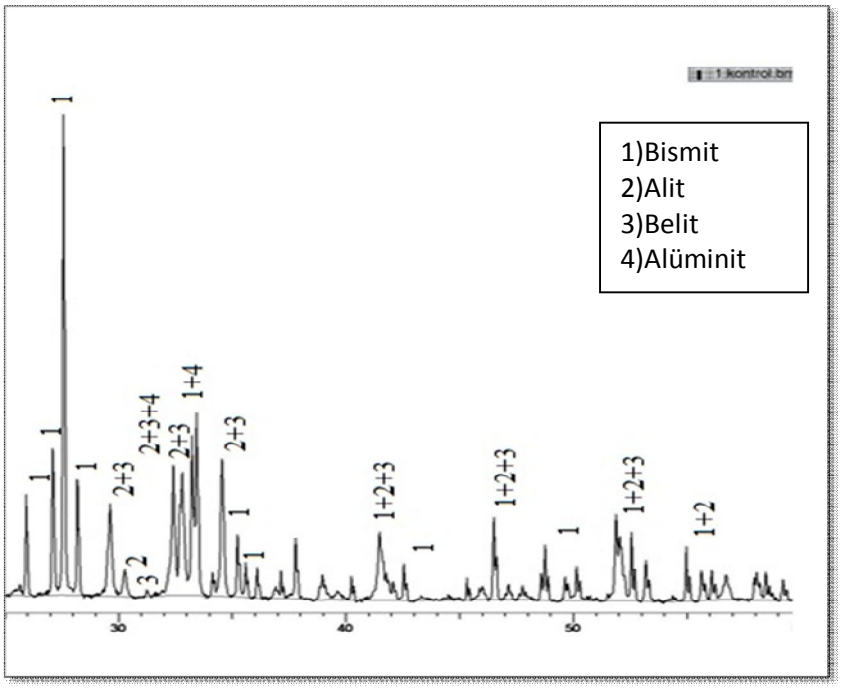
Şekil 3.5. pH değerleri dağılımı

3.4. X Işını Kırınım Faz Analizi Bulguları

Kontrol grubu olan beyaz MTA ve % 10 $CaCI_2$, % 15 Na_2HPO_4, % 10 Na_2CO_3 ve % 23,1 CLG deney gruplarına ait analizler şekil 3.1, 3.2, 3.3, 3.4, 3.5'da gösterilmektedir.

3.4.1. Kontrol deney grubu X ışını kırınım faz analiz

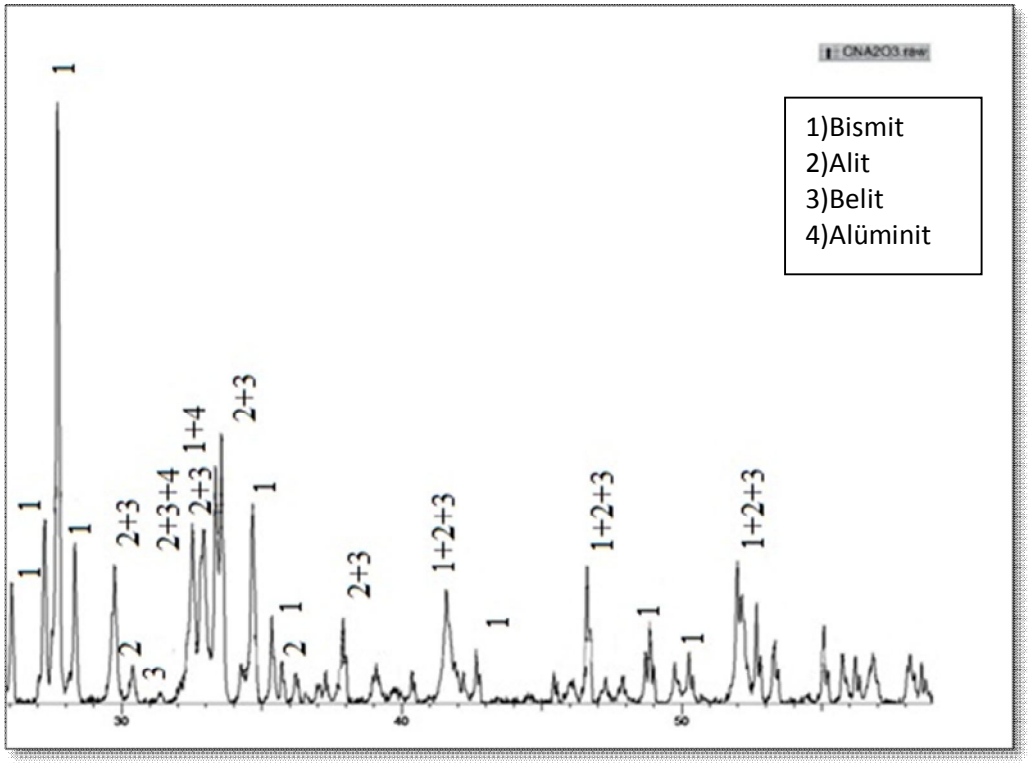
Kontrol grubunda Bismit, Alit (C3S), Belit (C2S), Alüminit (C3A) fazları gözlendi. Kontrol deney grubunda en yüksek pik değeri 9. pikte görüldü, 2θ da 27.59^0'da bulundu. İlave olarak 32.41^0, 33.36^0 ve 34.52^0'lerinde pik yaptıkları gözlendi. Alit (C3S), Belit (C2S), Alüminit (C3A) fazları aynı bölgede bir arada gözlendi (Şekil 3.6).



Şekil 3.6: Kontrol grubu XRD analizi.

3.4.2. % 10 Na_2CO_3 deney grubu X ışını kırınım faz analiz

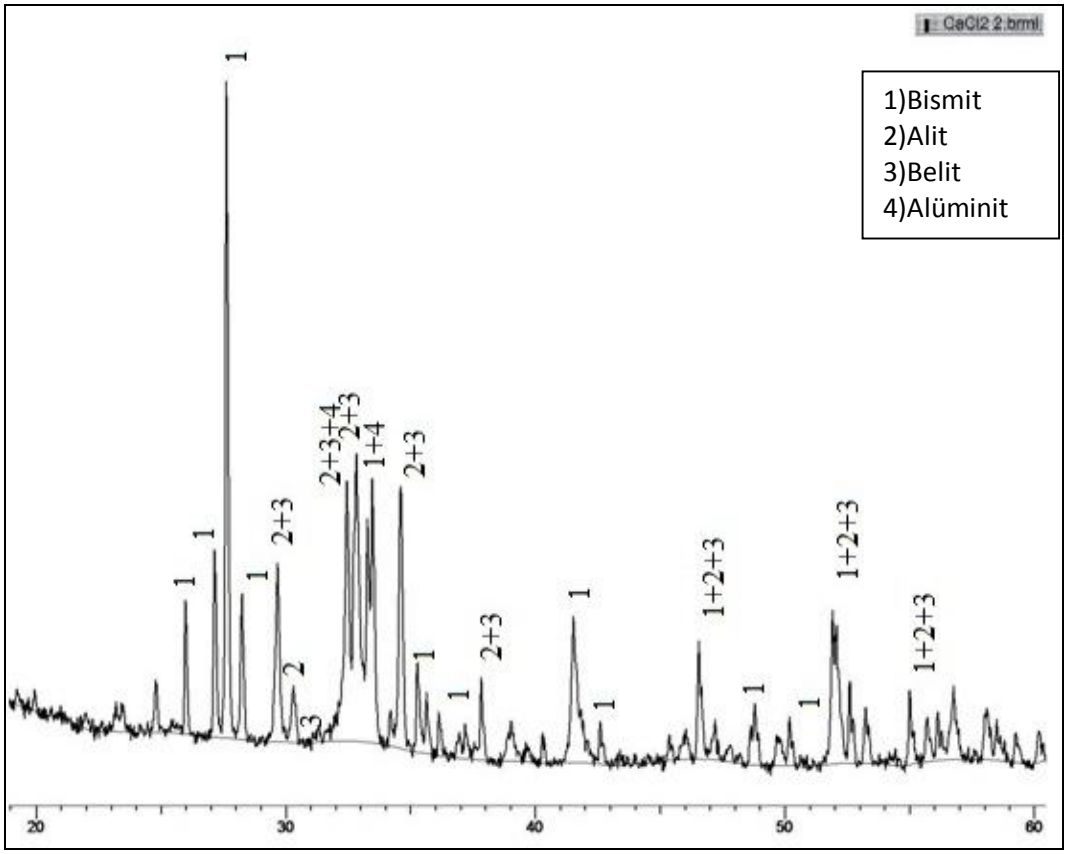
% 10 Na_2CO_3 deney grubunda Bismit, Alit (C3S), Belit (C2S), Alüminit (C3A) fazları gözlendi. % 10 Na_2CO_3 deney grubunda en yüksek pik değeri 6. pikte görüldü, 2θ da 27.71^0'da bulundu. İlave olarak $33,40^0$ ve $34,54^0$'lerinde pik yaptıkları gözlendi. Alit (C3S), Belit (C2S), Alüminit (C3A) fazları aynı bölgede bir arada gözlendi (Şekil 3.7).



Şekil 3.7. % 10 Na_2CO_3 grubu XRD analizi.

3.4.3. % 10 $CaCI_2$ deney grubu X ışını kırınım faz analiz

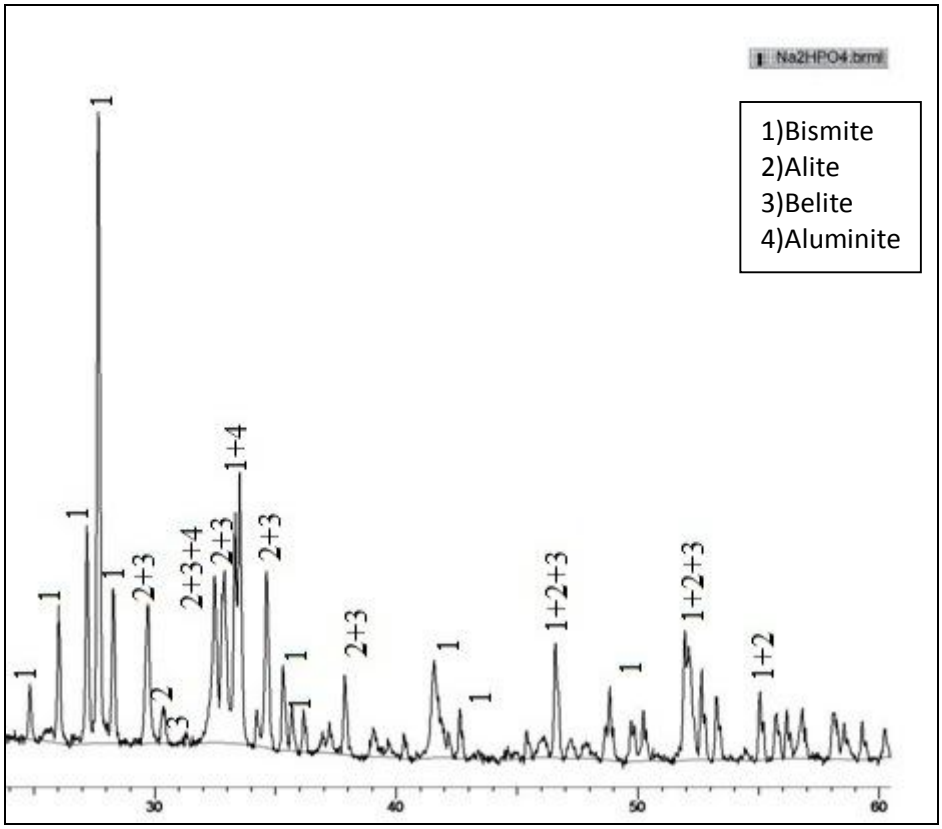
% 10 $CaCI_2$ deney grubunda Bismit (BiO), Alit (C3S), Belit (C2S), Aluminite (C3A) fazları gözlendi. % 10 $CaCI_2$ deney grubunda en yüksek pik değeri 6. pikte görüldü, 2θ da 27.64^0'da bulundu. İlave olarak $32,83^0$, $33,40^0$ ve $34,60^0$'lerinde pik yaptıkları gözlendi (Şekil 3.8). Alit (C3S), Belit (C2S), Alüminit (C3A) fazları aynı bölgede bir arada gözlendi.



Şekil 3.8. % 10 $CaCI_2$ grubu XRD analizi.

3.4.4. % 15 Na_2HPO_4 deney grubu X ışını kırınım faz analizi

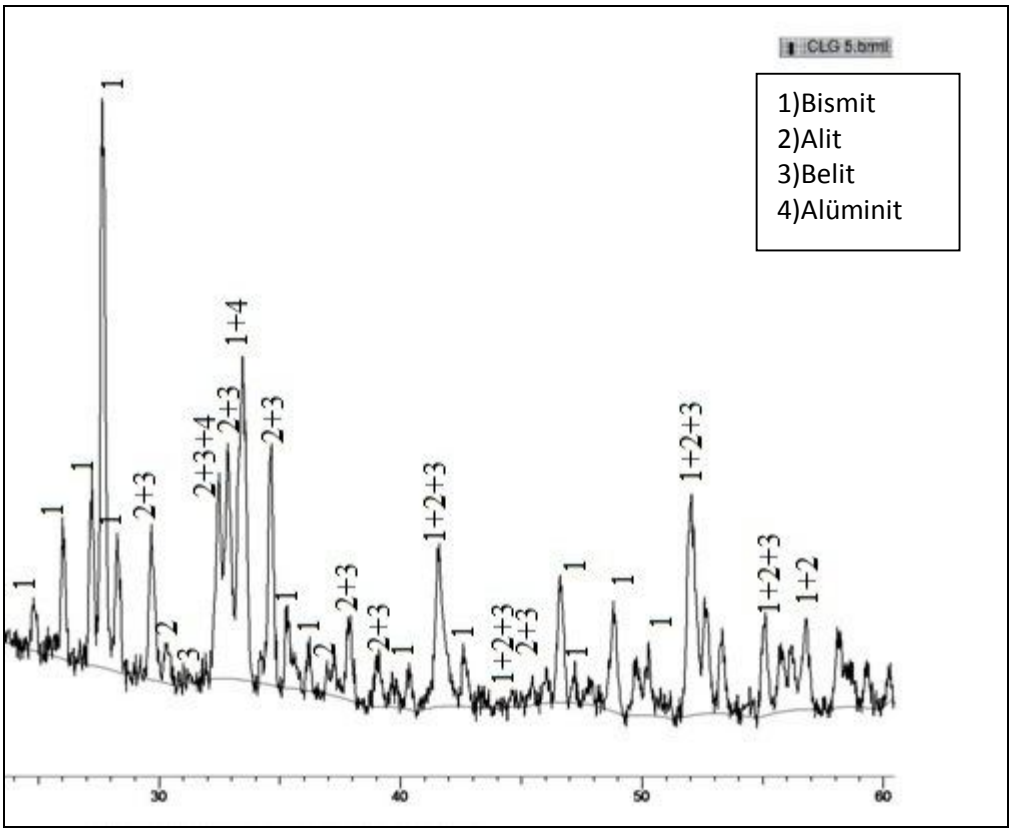
% 15 Na_2HPO_4 deney grubunda Bismit, Alit (C3S), Belit (C2S), Alüminit (C3A) fazları gözlendi. % 15 Na_2HPO_4 deney grubunda en yüksek pik değeri 9. pikte görüldü, 2θ da $27,71^0$'da bulundu. İlave olarak $33,45^0$'de pik yaptığı gözlendi (Şekil 3.9). Alit (C3S), Belit (C2S), Alüminit (C3A) fazları aynı bölgede bir arada gözlendi.



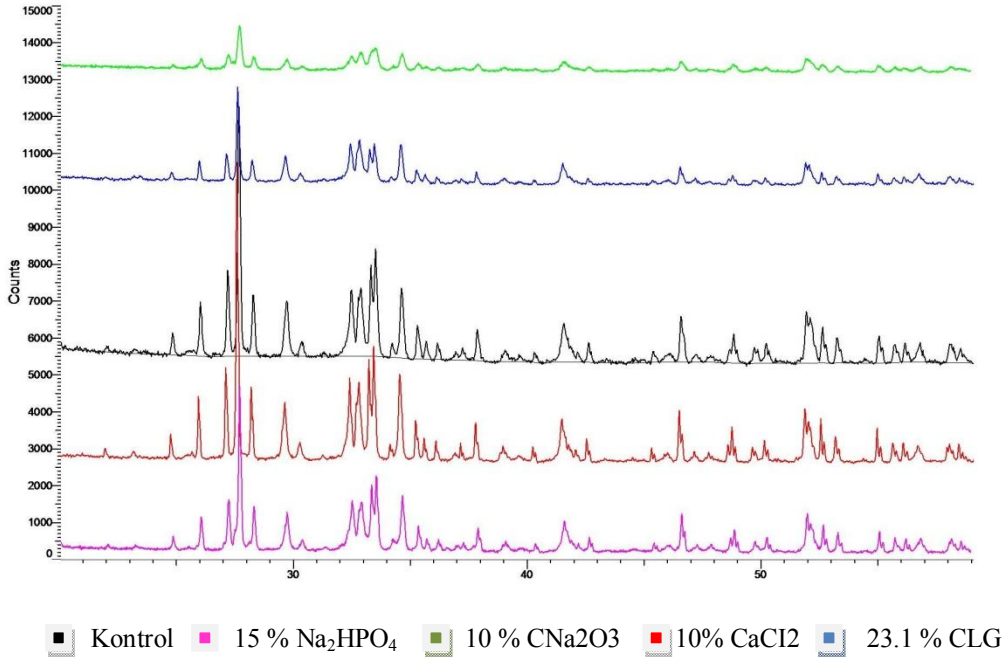
Şekil 3.9. % 10 $CaCI_2$ grubu XRD analizi.

3.4.5. % 23,1 CLG deney grubu X ışını kırınım faz analiz

% 23,1 CLG deney grubunda Bismit, Alit (C3S), Belit (C2S), Alüminit (C3A) fazları gözlendi. % 23,1 CLG deney grubunda en yüksek pik değeri 4. pikte görüldü, 2θ da $27,70^{0}$'da bulundu. İlave olarak $32,89^{0}$ ve $33,48^{0}$'de pik yaptığı gözlendi (Şekil 3.10)**.** Alit (C3S), Belit (C2S), Alüminit (C3A) fazları aynı bölgede bir arada gözlendi.



Şekil 3.10. % 23,1 CLG grubu XRD analizi.



Şekil 3.11. MTA Deney Grupları XRD Analizleri Çakıştırma Grafiği.

Elde edilen sonuçlardan kontrol grubu ile % 10 $CaCI_2$ deney grubunun fazlarının birbirleriyle uyumlu olduğu görülmektedir (Şekil 3.6).

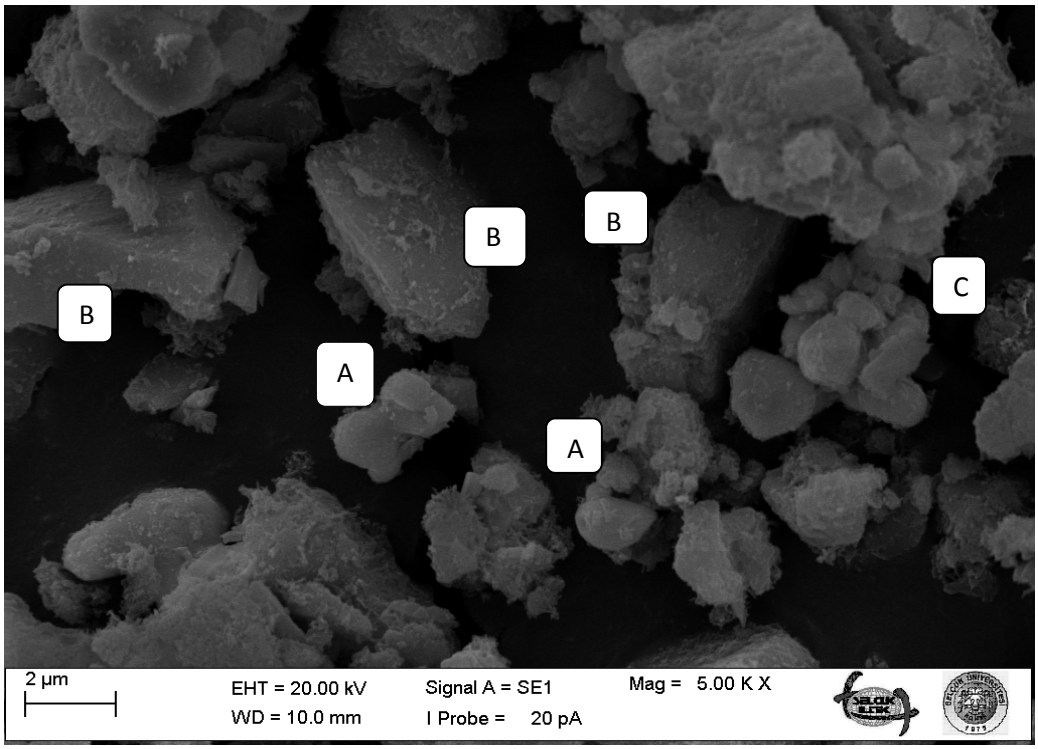
En sık pik kontrol deney grubunda görüldü bunun yanında en az ve en geniş pikler % 23,1 CLG deney grubunda görüldü.

3.5. SEM Analizi

Kontrol grubu olan beyaz MTA ve % 10 $CaCl_2$, % 15 Na_2HPO_4, % 10 Na_2CO_3 ve % 23,1 CLG deney gruplarına ait analizler x5000 büyütmede SEM cihazı (LEO 440, Leike Zeiss, K61n, Almanya) ile yapıldı.

3.5.1 Kontrol Grubu SEM Analizi

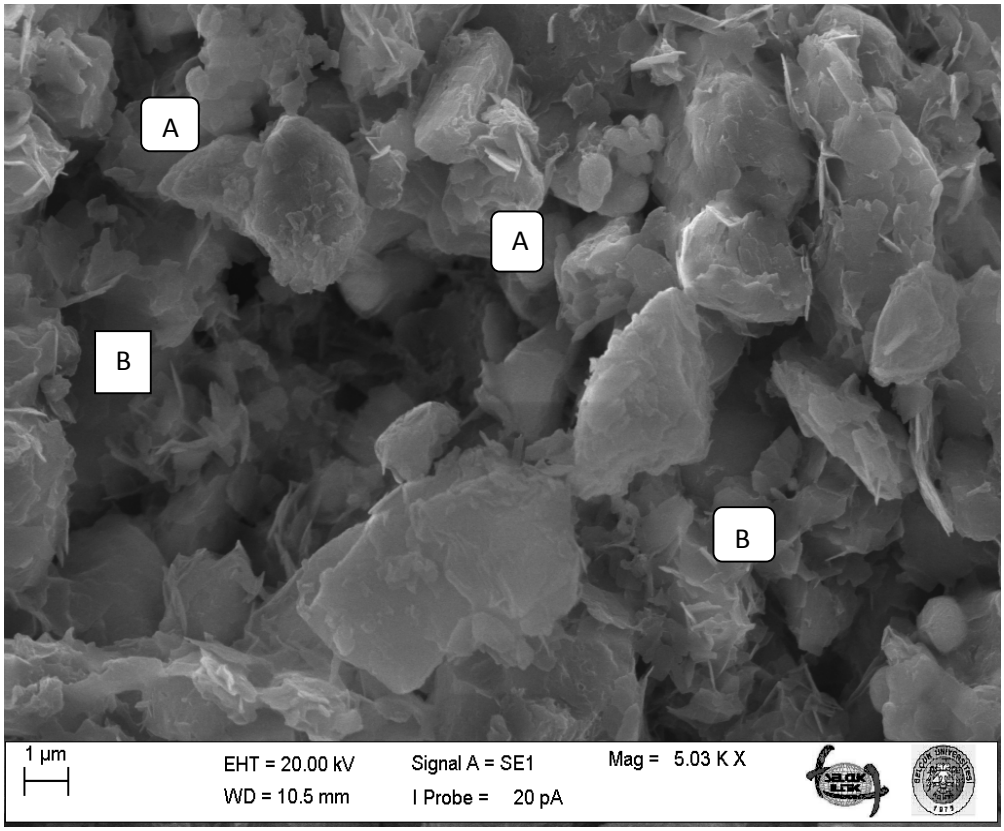
Çoğunlukla küçük olmak üzere farklı boyutlarda düzensiz köşeli partiküller gözlendi. Partiküllerin birbirinden bağımsız oldukları gözlendi. Toz parçacıklarının yüzeyi düz bir görünümdedir. Yuvarlak ve kübik yapıların iç içe geçtiği bir görünüm mevcuttur (Resim 3.1).



Resim 3.1. Kontrol grubu SEM görüntüsü
A. Küçük partiküller
B. Düz yüzey görünümü
C.İç içe geçmiş yuvarlak ve kübik partiküller

3.5.2. % 10 Na_2CO_3 Deney Grubu SEM Analizi

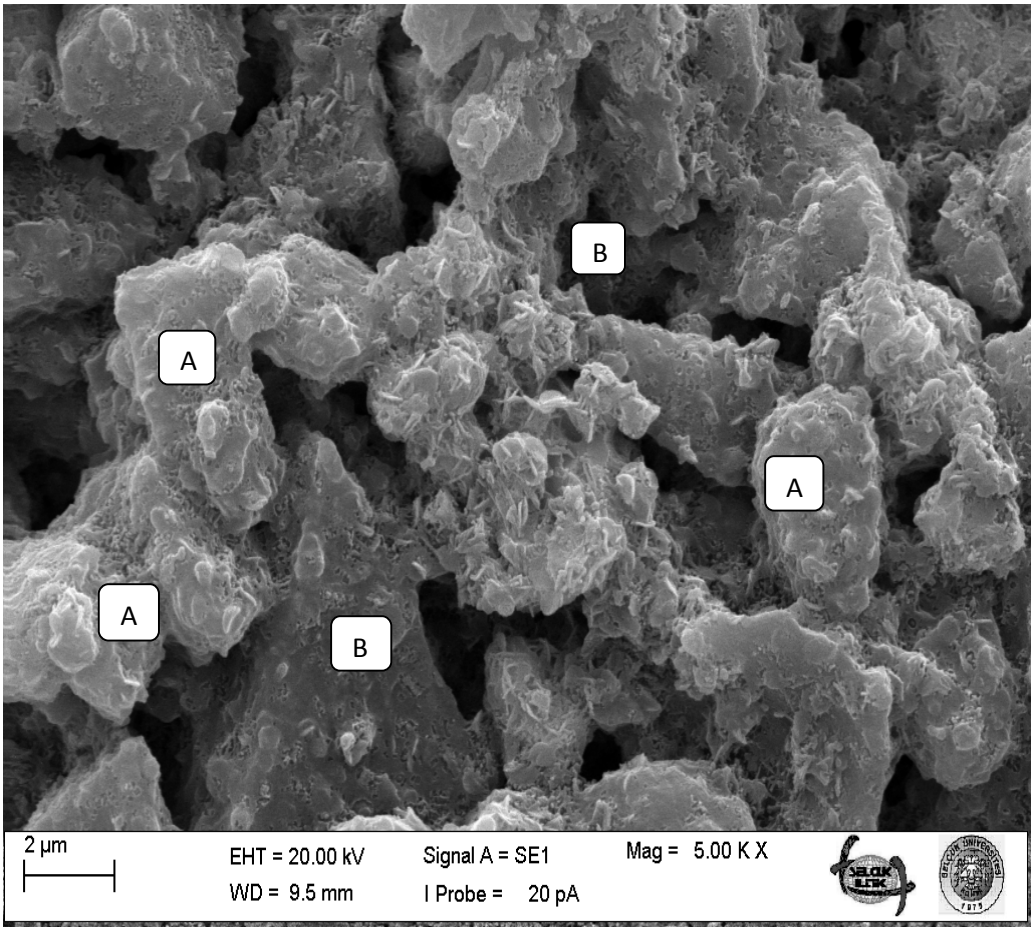
Yüzeyde konumlanmış çok miktarda küçük boyda düzensiz parçacıklar görüldü. Parçacıkların arasında yaprak şeklinde yaprak düzlemler mevcut olduğu görüldü. % 10 Na_2CO_3 simanının birbirine bağlı parçacıklardan oluştuğu gözlendi (Resim 3.2).



Resim 3.2. % 10 Na_2CO_3 grubu SEM görüntüsü
A. Düzensiz parçacıklar
B. Yaprak düzlemler

3.5.3. % 10 $CaCI_2$ Deney Grubu SEM Analizi

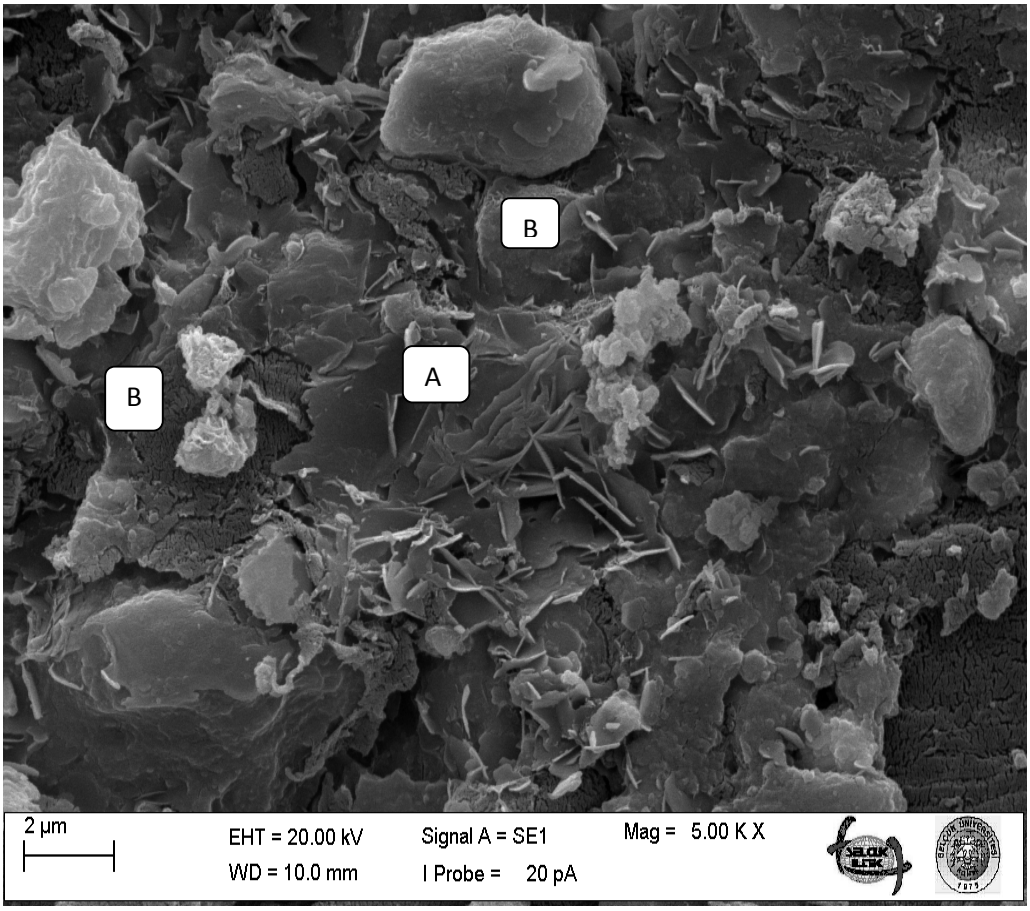
Yüzeyde konumlanmış çok miktarda küçük boyda globüler partiküller görüldü. % 10 $CaCI_2$ tozu birbirine bağlı büyük parçacıklardan oluştuğu gözlendi (Resim 3.3).



Resim 3.3. % 10 $CaCI_2$ grubu SEM görüntüsü
A. Globüler partiküller
B. Birbirine bağlı büyük parçacıklar

3.5.4. % 15 Na_2HPO_4 Deney Grubu SEM Analizi

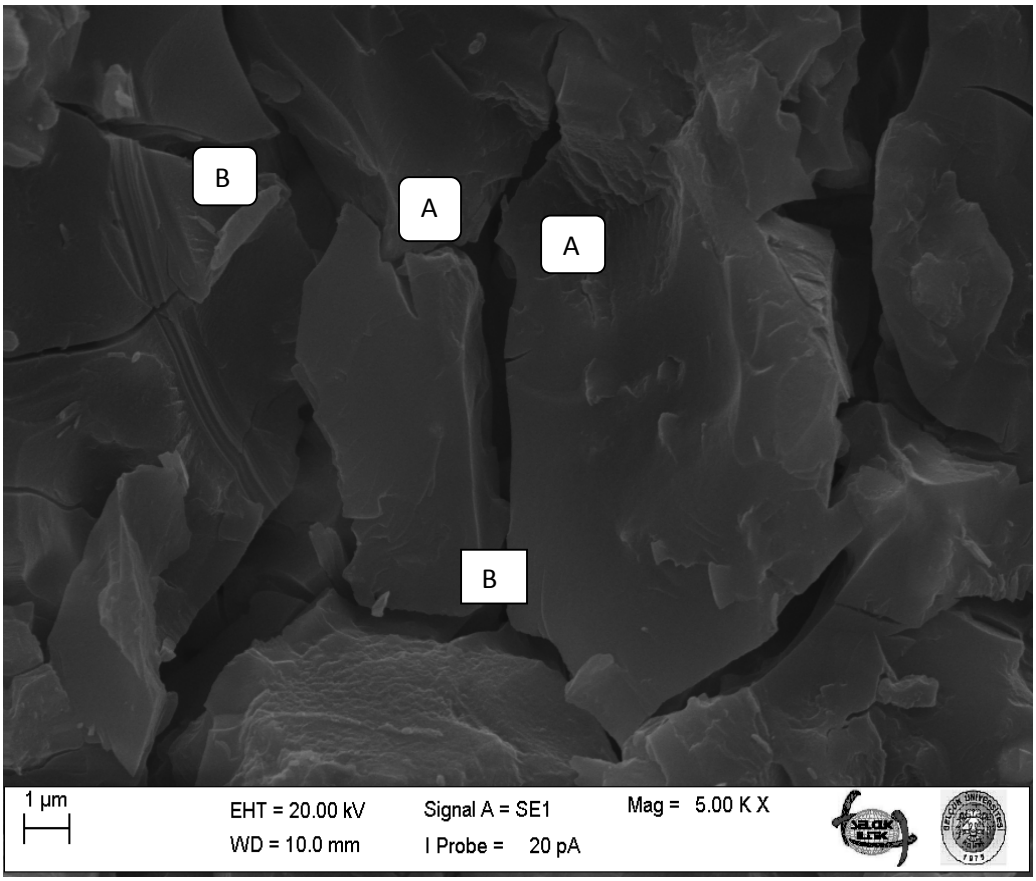
Tüm yüzeyde altıgen yapıda dikensi kristaller mevcuttur. Erken hidrasyon döneminde rastlanan "gül yaprağı" görüntüsü gözlendi. Amorf ve saf olmayan bir yüzey görüntüsü mevcuttur (Resim 3.4)



Resim 3.4. % 15 Na_2HPO_4 grubu SEM görüntüsü
A. Gül yaprağı görüntüsü
B. Amorf yüzey görüntüsü

3.5.5. % 23,1 CLG Deney Grubu SEM Analizi

Sade ve düz bir yüzey gözlendi. Partiküllerin büyük formda ve homojen bir şekilde birbirine bağlı olduğu görüldü (Resim 3.5).



Resim 3.5. % 23,1 CLG grubu SEM görüntüsü
A. Düz yüzey
B. Büyük partiküller

4. TARTIŞMA

Mineral Trioksit Agregat endodontik tedavi yaklaşımlarında hekimlere yeni ufuklar açan bir materyal olmasına rağmen yaygın olarak kullanılmamaktadır. Bu durumun başlıca sebepleri sertleşme süresinin uzun olması, kumsu ve düşük yoğunluklu yapısından dolayı klinik kullanımının zor olması ve maliyetinin yüksek olması şeklinde sıralanabilir (Parirokh ve Torabinejad 2010, Darvell ve Wu 2011). MTA'nın sertleşme süresinin uzun olması hastaların birden fazla seans çağrılmasına, tekrarlayan seanslarda kök-kanal sisteminin ağız sıvılarına maruz kalmasına ve buna bağlı olarak tedavinin başarı oranının düşmesine neden olmaktadır (Sluyk ve ark 1998, Ding ve ark 2008). Özellikle çocuk hastaların uyumlarının bozulmaması için tedavilerin en kısa sürede ve en kaliteli şekilde bitirilmesine çalışılmalıdır.

İlk formülü Dr.Mahmoud Torabinejad tarafından geliştirilen MTA, "ProRoot MTA" adı altında piyasaya sürülmüştür (Rao ve Shenoy 2009). İlk üretildiğinde gri renkte olan MTA'nın orijinal formülünün; trikalsiyum oksit (Ca_2O_3), trikalsiyum silikat (C3S), bizmut oksit (Bi_2O_3), trikalsiyum alüminat ($3CaO{\cdot}Al_2O_3$), tetra kalsiyum alümino ferrit ($4CaO{\cdot}Al_2O_3{\cdot}Fe_2O_3$) ve silikat oksitten ($SiO_2$) meydana geldiği bildirilmiştir (Lee ve ark 1993). Ayrıca MTA'nın kimyasal ve fiziksel özelliklerini belirleyen çeşitli mineral oksit bileşenlerinin de olduğu rapor edilmiştir (Lee ve ark 1993). Gri MTA'nın içeriğindeki Demir (Fe) ve Manganez (Mn) iyonlarından dolayı dişlerde renklenme olduğu görülmüş ve estetiğin ön planda olduğu bölgelerde kullanılmak amacıyla beyaz MTA üretilmiştir (Torabinejad ve ark 1995). Beyaz ve gri MTA arasındaki fark, beyaz MTA'da demir, alüminyum ve magnezyumun daha az oranlarda bulunmasıdır (Ferris ve Baumgartner 2004). Bu tez çalışmasında klinik kullanımda sık tercih edilen beyaz ProRoot MTA (Densply, Tulsa,UK) kontrol grubu olarak kullanıldı.

MTA'nın ağız ortamında yaklaşık olarak 3-4 saatte yavaş bir şekilde sertleşmesi, mikrosızıntıyı önlemede materyalin lehine yorumlanmış olsa da, uzun sertleşme süresi materyalin en önemli dezavantajı olarak kabul edilmektedir (Parirokh ve Torabinejad 2010). Vital pulpa tedavileri gibi hekimin canlı doku üzerine hemen restoratif bir ajanın yerleştirilmesinin gerekli olduğu durumlarda materyal strese maruz kalacak, şeklini koruyamayıp ortamdan uzaklaşma ihtimali ortaya çıkacaktır (Kogan ve ark 2006, Ber ve ark 2007, Kao ve ark 2009). Sürenin uzun olmasına bağlı ortaya çıkabilecek bu problemlerin giderilmesi amacıyla

MTA'ya bazı ilaveler yapılması gündeme gelmiştir (Ber ve ark 2007, Parirokh ve Torabinejad 2010). Bu tez çalışmasında MTA'nın sertleşme süresini kısaltmaya yönelik çeşitli hızlandırıcılar eklenerek bu kimyasalların MTA'nın sertleşme süresine ve fizikokimyasal özelliklerine etkisi değerlendirilmiştir.

Araştırmacılar MTA'nın sertleşme süresini kısaltmak, taşınmasındaki zorlukları gidermek amacıyla materyale kalsiyum klorür ($CaCI_2$), kalsiyum nitrit/nitrat (CN/N), kalsiyum format (CaF), kalsiyum laktat glukonat (CLG), sodyum klorür (NaCI), potasyum klorür (KCI), disodyum hidrojen fosfat (Na_2HPO_4) gibi kimyasallar eklemişlerdir (Kogan ve ark 2006, Wiltbank ve ark 2007, Bortoluzzi ve ark 2008, Hsieh ve ark 2009). Bunun yanında MTA'ya diş hekimliği kliniğinde sıklıkla kullanılan sodyum hipoklorit (NaOCI), salin, lidokain ve klorheksidin glukonat (CHX) gibi solüsyonlar ilave edilmiştir (Stowe ve ark 2004, Kogan ve ark 2006, Huang ve ark 2008). Ayrıca MTA'nın doku sıvılarının etkisiyle dokudan uzaklaşmaması ve daha visköz bir yapı elde edebilmesi amacıyla metil selülöz (MC), K-Y jeli, Triş HCI tamponu gibi kimyasallar eklenmiştir (Kogan ve ark 2006, Ber ve ark 2007). Yapılan çalışmalarda $CaCI_2$, CLG, Na_2HPO_4, NaOCI, K-Y jeli, metil selülöz (MC) kimyasallarının sertleşme süresini hızlandırdığı; NaCI, Triş HCI, CHX, salin, % 2 lidokain, MC gibi kimyasalların ise sertleşme süresini yavaşlattığı bildirilmiştir (Kogan ve ark 2006, Ding ve ark 2008, Huang ve ark 2008, Darvell ve Wu 2011).

Bu tez çalışmasında MTA simanın hazırlanmasında kullanılan distile suya % 10 $CaCI_2$, % 15 Na_2HPO_4, % 10 Na_2CO_3, % 23,1 CLG hızlandırıcıları eklenerek sertleşme süresindeki değişiklikler incelenmiştir. Çalışmamızda kullanılan hızlandırıcılar ve oranları literatürdeki uygulamalar dikkate alınarak belirlenmiştir (Bortoluzzi ve ark 2008, Ding ve ark 2008, Hsieh ve ark 2009, Parirokh ve Torabinejad 2010). Kullandığımız hızlandırıcılar, MTA'ya eklendiğinde, MTA'nın yüksek biyouyum yeteneğini ve sert doku oluşumunu arttırma kapasitesini olumsuz etkilemediği bildirilen hızlandırıcılar arasından seçildi (Ding ve ark 2008, Ji ve ark 2011, Parirokh ve ark 2011).

MTA sertleşme süresini hızlandırmak için en çok tercih edilen kimyasallar; simana Ca^{+2} iyon desteği sağlamak amacıyla kullanılan yüksek çözünürlüklü kalsiyum bileşikleridir ($CaCI_2$, CN/N, CF, CLG) (Kogan ve ark 2006, Wiltbank ve ark 2007, Bortoluzzi ve ark 2008). Yapılan çalışmalarda MTA'ya daha yoğun bir

kıvam vermek amacıyla siman porlarına penetre olma yeteneği yüksek, higroskobik ve katalizör olarak da işlev gören bileşikler arasından başlıca $CaCl_2$ ve CLG kullanılmıştır (Ber ve ark 2007, Bortoluzzi ve ark 2009, Hsieh ve ark 2009). CLG Ca^{+2}, laktik asit (CL) ve glukonik asit (CH)'in çözünebilen tuzudur (Hsieh ve ark 2009, Lee ve ark 2011). CLG sahip olduğu mükemmel çözünürlük ve nötr tadı sayesinde fonksiyonel ve güçlendirilmiş gıda sektöründe tercih edilen yüksek kaliteli bir tuzdur (Lee ve ark 2011). Bu bilgiler ışığında % 10 $CaCI_2$ ve % 23,1 CLG hızlandırıcı olarak çalışmamızda test edilmiştir.

Disodyum hidrojen fosfat (Na_2HPO_4) fosforik asidin tuzudur. Na_2HPO_4 bileşiği yüksek oranda higroskobik ve kolaylıkla suyun içerisinde çözünen bir tozdur (Ding ve ark 2008). Ayrıca Na_2HPO_4 Portland siman ve MTA'nın sertleşme süresini hızlandırmak amacıyla kullanılan hızlandırıcılar arasındadır (Huang ve ark 2008, Shie ve ark 2009). Farklı oranlardaki Na_2HPO_4 hızlandırıcı olarak beyaz MTA'nın sertleşme süresine etkisi araştırılmış, sonuç olarak % 5 Na_2HPO_4, % 10 Na_2HPO_4, % 15 Na_2HPO_4 çözeltileriyle karıştırılan MTA simanların içerisinde en kısa sürenin % 15 Na_2HPO_4'a ait olduğu bildirilmiştir (Huang ve ark 2008). Diğer bir çalışmada da, % 5 Na_2HPO_4, % 10 Na_2HPO_4, % 15 Na_2HPO_4 çözeltileriyle beyaz MTA'nın karıştırılması sonucu elde edilen simanların sertleşme süreleri ölçülmüş, en kısa sertleşme süresinin % 15 Na_2HPO_4 hızlandırıcısı eklenen simana ait olduğu bildirilmiştir (Ding ve ark 2008). Farklı oranlardaki Na_2HPO_4 eklenmiş MTA simanların biyouyumunun değerlendirildiği Ding ve ark (2008)'nın çalışmasında, hücre canlılığının en yüksek gözlendiği oran % 15 Na_2HPO_4 olarak bulunmuştur. Bu verilere dayanarak % 15 Na_2HPO_4 hızlandırıcı olarak çalışmamızda kullanılmıştır.

Sodyum Karbonat (Na_2CO_3) karbonik asidin sodyum tuzudur. Na_2CO_3 su içerisinde hızlı bir şekilde çözünen, pH dengeleyicisi olarak kullanılabilen güçlü alkali bir tuzdur (Eggeman 2011). Na_2CO_3 inşaat alanında Portland simana hidratasyon hızlandırıcısı, diş hekimliği alanında diş macunlarına köpürtücü madde olarak, periodontoloji alanında toz püskürtme sisteminde abraziv partikül olarak ayrıca silika içerikli kemik dolgu maddelerine de hızlandırıcı olarak eklendiği bildirilmiştir (Matschei ve ark 2007, Huan ve Chang 2008, Graumann ve ark 2013). Na_2CO_3, inşaat alanında Portland simanın hidratasyonunu ve sertleşmesini hızlandıran en etkili hızlandırıcılardan biri olarak kabul edilmektedir (Matschei ve ark 2007). Yapılan çalışmalarda kalsiyum silika (CS) içerikli kemik dolgu maddesine

eklenen Na_2CO_3'ın simanın, sertleşme süresini kısalttığı, biyoaktif özelliğini ve kemiğe benzer apatit tabakanın oluşumunu arttırdığı bildirilmiştir (Huan ve Chang 2008). Diş hekimliğine ait literatür incelendiğinde hızlandırıcı olarak Na_2CO_3'in MTA'ya eklenmesi ve sertleşme süresine etkisi hakkında herhangi bir çalışmaya rastlanılmamıştır. Portland simanla benzer özellikler gösteren MTA'da Na_2CO_3'ın sertleşme süresine benzer etki yapacağından yola çıkarak çalışmamızda Na_2CO_3 hızlandırıcı olarak kullanılmıştır.

İnşaat alanında hidrolik simanlara katkı maddelerin eklenmesi "kuru" ve "yaş" yöntemlerle yapılmaktadır (Çakıroğlu MA ve Serdal 2010). Kuru yöntemde siman tozu ve katkı maddesi susuz ortamda karıştırıldıktan sonra suya eklenerek siman hazırlanır (Kosmatka ve ark 2002b). Yaş yöntemde ise katkı malzemesi suyla karıştırıldıktan sonra siman tozuna eklenerek siman hazırlanır (Kosmatka ve ark 2002b). Yaş yöntem kullanarak farklı kimyasal ve fiziksel yapılara sahip katkı maddelerinin homojen bir şekilde suda çözünmesi sağlanır (Kosmatka ve ark 2002b). Yaş yöntemin bu avantajlarından dolayı çalışmamızda hızlandırıcılar MTA simanın likiti olarak kullanılan distile suya eklendi.

MTA ince hidrofilik partiküllerden oluşan toz ve suyun birleşimiyle kıvam alan bir materyaldir (Storm ve ark 2008). Materyalin kıvamı, MTA'nın başarısını doğrudan etkilemektedir (Behr ve ark 2008). Üretici firma MTA'nın toz/likit oranını, 1 gr MTA'ya 0,35 ml steril su olarak belirlemiştir (Darvell ve Wu 2011). Üretici firmanın (Densply,Tulsa,UK) talimatlarına uygun hazırlanan MTA'nın manipülasyonunun zor olması araştırmacıları farklı oranlarda toz/likit kullanımına ve bu oranların MTA'nın fizikokimyasal özelliklerindeki değişikliklerin test edilmesine yönlendirmiştir (Fridland ve Rosado 2003). Fridland ve Rosado (2003) farklı toz/likit oranlarının gri MTA'nın çözünürlük ve pörözitesine etkisini araştırmışlardır. Yapılan çalışmada 0,33'den daha yüksek oranlarda karıştırılan simanın aşırı akıcı olduğu, çözünürlüğünün ve pörözitesini arttığı, düşük toz/likit oranında (0,26, 0,28) ise MTA'nın yeteri kadar hidrate olamadığı bildirilmiştir. Hawley ve ark (2010) farklı toz/likit oranlarının (0,26, 0,28, 0,30, 0,35) beyaz ve gri MTA'nın genleşmesine olan etkisini test etmişlerdir. En belirgin genleşme hem gri hem de beyaz MTA'da 0,30 toz/likit oranında gözlenmiştir. Shahravan ve ark (2011)'nın yaptıkları çalışmada farklı toz/likit oranına sahip beyaz MTA'nın sağlıklı insan dişlerinde pulpa ajanı olarak kullanılması sonucu oluşan pulpal reaksiyonlar histolojik olarak incelenmiştir.

Toz/likit oranı 0,28 ml, 0,33 ml, 0,40 ml olan MTA simanlarının sağlıklı insan dişlerinde histolojik olarak benzer reaksiyonlar oluşturduğu bildirilmiştir. Çalışmamızda literatür bilgisi ışığı altında, MTA'nın biyolojik ve fizikokimyasal özelliklerinin olumsuz etkilenmediği, Fridland ve Rosado (2003) tarafından ideal karıştırma oranı olarak bildirilen 0,33 oranı kullanılmıştır.

MTA temelde 3 bileşenden oluşmaktadır; Portland simanı, bizmut oksit ve alçı (kalsiyum sülfat) (Torabinejad ve ark 1995). Temel bileşen olan Portland simanı, inşaat sektöründe sıklıkla kullanılan materyallerden biridir (Monteiro Bramante ve ark 2008). Bu durum, MTA üzerinde yapılacak olan fiziksel veya kimyasal testlerin çimento kategorisinde ya da dental materyal kategorisinde yer alması konusunda karışıklığa yol açabilmektedir (Camilleri 2008, Torabinejad ve ark 1995). Camilleri (2008) MTA'yı çimento kategorisinde değerlendirerek fiziksel ve kimyasal testleri bu standartlara uygun olarak yapmıştır. Ancak Torabinejad ve ark (1995) başta olmak üzere pek çok araştırmacı MTA'yı su bazlı dental siman olarak değerlendirmiştir (Islam ve ark 2006a, Walker ve ark 2006, Nekoofar ve ark 2009, Matsunaga ve ark 2010). Bu tez çalışmasında, MTA'nın sertleşme süresi su bazlı dental siman kategorisinde değerlendirildi.

Hidrolik simanların sertleşme süresini ölçmek için Gillmore aparatı, Vicat aparatı ve batıcı iğne gibi aletler ve çeşitli standartlar (ASTM, ISO, EN) kullanılmaktadır. MTA'nın sertleşme süresinin belirlenmesinde en sık Vicat ve Gillmore aparatları tercih edilmektedir (Darvell ve Wu 2011). Vicat aparatı ile sertleşme süresi test edilirken karşılaşılan kullanıcıya bağlı hataları azaltmak, verileri daha kolay görüntülemek ve kaydetmek adına otomatik Vicat cihazı geliştirilmiştir (Vicatronic 2011). Çalışmamızda başlangıç ve final sertleşme süresi otomatik Vicat cihazı ile ölçüldü.

Çalışmamızda sertleşme süresi testi Amerikan Test ve Materyaller Kuruluşunun belirlediği C191-08 standardına göre yapılmıştır. ASTM C191-08 standardına uygun şekilde çalışmamızda 300 gr ağırlıkta, 1 mm çapta otomatik Vicat iğnesi kullanıldı. ASTM C191-08 standardına göre sertleşme başlama süresinin tespiti için iğne ucunun siman içerisine üstten 25 mm ilerleyebildiği zamana başlangıç sertleşme süresi; iğne ucunun simanın içerisine giremediği veya en çok 1 mm girebildiği zamana final sertleşme süresi olarak belirlenmiştir (ASTM 2008). ASTM C191-08 standardında hidrolik simanların sertleşme süresi testi yapılırken

simanın; ölçüleri 40 mm yükseklik, 70 mm üst iç çap, 80 mm alt iç çapı olan kesik koni şeklinde bir kalıba yerleştirilmesi ve karıştırma sırasında en az 500 gr siman kullanılması istenmektedir (ASTM 2008). Ancak MTA maliyeti çok yüksek bir hidrolik simandır ve bahsedilen miktarlarda kullanılmasının maliyeti çok arttıracağından dolayı araştırmacılar tarafından kalıp ölçülerinde ve buna bağlı sertleşme sürelerinin tanımlanmasında modifikasyonlar yapılmıştır (Kogan ve ark 2006, Ding ve ark 2008, Hsieh ve ark 2009, Grech ve ark 2013). Torabinejad ve ark (1995) serleşme süresi testinde 15 mm çap, 5 mm yüksekliğe sahip kalıp; Grech ve ark (2013) enine kesit ölçüleri 10 mm x 8 mm, yüksekliği 5 mm yükseklikte olan kalıp; Ber ve ark (2007), Kogan ve ark (2006), Massi ve ark (2011) 10 mm çap, 2 mm yüksekliğe sahip kalıp; Kao ve ark (2009), Huang ve ark (2008), 6 mm çapta 5 mm yükseklikte kalıp kullanmışlardır. Ayrıca Amerikan Diş Hekimleri Birliği (ADA)'nın endodontik dolgu maddelerinin sertleşme süresinin tayini için 10 mm yüksekliğe, 2 mm iç çapa sahip paslanmaz çelik kalıplar kullanılmasını uygun görmektedir (ADA 2008). Biz de çalışmamızda ADA'nın uygun gördüğü 10 mm yüksekliğe, 2 mm iç çapa sahip paslanmaz çelik kalıpları kullandık. Çalışmamızda başlangıç sertleşme süresi, Justnes ve Nygaard (1995)'ın belirttiği şekilde, Vicat iğnesinin siman içerisinde tam derinliğe inemediği ana kadar geçen süre olarak belirlendi. Final sertleşme süresi ise, Hsieh ve ark (2009)'nın belirttiği şekilde, iğnenin siman içerisinde 1 mm'den daha az derinlik oluşturduğu ana kadar geçen süre olarak belirlendi.

Vicat iğnesiyle yapılan testlerde zaman aralıkları konusunda standart bir uygulama kullanılmamaktadır (Torabinejad ve ark 1995, Hsieh ve ark 2009). Hsieh ve ark (2009)'nın yaptığı çalışmada her 5 dakikada bir ölçüm yapılmıştır. Bortoluzzi ve ark (2009)'nın yaptığı çalışmada ölçüm 60 sn aralıklarla tekrarlanmıştır. Gandolfi ve ark (2009) kalsiyum silikat simanların başlangıç ve final sertleşme süresini ölçtüğü çalışmada, 10 dakika aralıklarla ölçüm yapılmıştır. Massi ve ark (2011)'nın MTA ve benzeri kök kanal dolum materyallerinin sertleşme süresini ölçtükleri çalışmada ilk yarım saat boyunca 3 dakikalık, hemen ardından gelen 90 dakika boyunca 5'er dakikalık ve en son 120 dakika boyunca 15'er dakikalık ölçümler yapılmıştır. Kogan ve ark (2006)'nın yaptıkları çalışmada hızlandırıcı eklenen MTA'nın sertleşme süresini belirlemek amacıyla 5 dk, 10 dk, 15 dk, 20 dk, 25 dk, 30 dk, 40 dk, 50 dk, 60 dk, 1,5 s, 2 s, 2,5 s, 3 s, 3,5 s ve 4 s'lik aralıklarla ölçüm

yapılmıştır. Bu tez çalışmasında, otomatik Vicat cihazının üretici firma tarafından 10'ar dakikalık aralıklarla ayarlanması tavsiye edildiğinden buna en uygun prosedürlerden biri olan Kogan ve ark (2006)'nın ölçüm zaman aralıkları uygulanmıştır.

Geleneksel Vicat aparatı operatörün kullanımıyla serbest kalan bir uca sahiptir. Otomatik Vicat iğnesi ise, Vicat iğnesinden ayrı olarak, iki farklı şekilde örneğe batabilmektedir (Vicatronic 2011). Birincisi "serbest düşüş" modu ikincisi ise "rehber iniş" modudur. Özellikle küçük örneklerde, serbest düşüşle test edilen siman kalıp dışına sıçrayabilmekte, hazırlanan siman yüzeyi bozulabilmektedir. Bu tez çalışmasında karşılaşılabilecek sözü geçen olumsuzlukları engellemek amacıyla "rehber iniş" dediğimiz, iğnenin kontrollü bir şekilde örnek yüzeyine indiği mod kullanılmıştır. Otomatik Vicat cihazının bu özelliği sayesinde, örneklere eşit mesafeden eşit kuvvet uygulanarak standart bir şekilde ölçüm yapılması sağlanmıştır.

Sertleşme süresini etkileyen önemli faktörlerden biri de sıcaklıktır (Kleverlaan ve ark 2004). ADA standartlarına göre sertleşme süresi test edilirken simanın 37^{o}C sıcaklıkta tutulması tavsiye edilmektedir. Camillieri ve ark (2008) istenilen sıcaklığı oluşturmak için cihazı etüvün içerisine yerleştirmiş ve testi oluşturdukları düzenekte gerçekleştirmişlerdir. Ber ve ark (2007) ise siman yerleştirilmiş kalıpları 37^{o}C'ye sahip sıcak su banyosu içerisine yerleştirmiş, ardından örnekleri çıkartarak testi gerçekleştirmişlerdir. Sıcaklık artışı ve nem doygunluğu kimyasal reaksiyonların hızını etkilemektedir. Bu nedenle çalışmamızda sadece hızlandırıcıların etkisini değerlendirebilmek amacıyla sertleşme süresi testi, ASTM C191-08 standartlarına uygun olarak oda sıcaklığına (23±2^{o}C) sahip bir ortamda gerçekleştirilmiştir.

Başlangıç sertleşme süresi, tozun likitle birleştiği an ile simanın fiziksel değişiklik göstererek sertleşmeye başladığı an arasında geçen süre olarak kabul edilmektedir (Justnes ve Nygaard 1995). Başlangıç sertleşme süresi simanın dokuya taşınmasını ve doku içindeki çözünürlüğünü doğrudan etkilemektedir (Hsieh ve ark 2009). Bu nedenle tez çalışmamızda kontrol ve hızlandırıcı eklenmiş deney gruplarının akışkanlığını kaybettiği, plastisitesinin azaldığı ve çökelmenin ilk gözlendiği başlangıç sertleşme süreleri ölçüldü.

Tez çalışmasında hızlandırıcı eklenmiş deney grupları karşılaştırıldığında; elde edilen sonuçlar arasında en kısa süre 0 dk ile % 10 Na_2CO_3 deney grubunda ölçülmüştür. Elde edilen bu sonuç % 15 Na_2CO_3 grubu ile kontrol ve diğer deney grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı farka neden olmuştur. Literatür incelendiğinde Na_2CO_3 hızlandırıcısının "silika içerikli hidrolik simanların" sertleşme süresini "karbonat etkisi" şeklinde isimlendirilen bir mekanizmayla hızlandırdığı bildirilmektedir (Huan ve ark 2008). %10 Na_2CO_3 grubunda görülen önemli derecedeki kısalmanın sebebinin hidratasyonun birinci basamağı olan "uyku dönemini" çok hızlı tamamlamasından kaynaklandığını düşünmekteyiz. Bu dönemde suyun içerisinde çözünmeye başlayan MTA'nın içerisinde bulunan $Ca(OH)_2$, karbonat (CO_3^{-2}) iyonlarıyla etkileşime girer ve kalsiyum karbonat ($CaCO_3$) ve sodyum hidroksit (NaOH) bileşikleri oluşur ve trikalsiyum silikat hidrat (C3S) oranı artar, bu şekilde sertleşme mekanizması hızlanmış olur (Huan ve ark 2008). Hızlandırıcı olarak Na_2CO_3'ın MTA'ya eklendiği bir çalışmaya rastlanılmamasından dolayı etki mekanizması tam olarak bilinmemektedir. Ancak Na_2CO_3 eklenen MTA simanında görülen başlangıç sertleşme süresindeki hız, simanın dokuya taşınma ve manipüle edilebilme özelliğini geliştirdiğini düşünmekteyiz.

Sertleşme mekanizmasının temelinde MTA içerisinde bulunan partiküllerin hızlı bir şekilde hidrate olmaya başlaması yatmaktadır (Darvell ve Wu 2011). Hızlandırıcı eklenmiş deney grupları karşılaştırıldığında; % 23,1 CLG ve % 15 Na_2HPO_4 gruplarının başlangıç sertleşme süreleri sırasıyla 3 dk ve 4 dk olarak ölçülmüştür. % 23,1 CLG ve % 15 Na_2HPO_4 deney gruplarının reaksiyon süreleri kontrol grubundan (5,5 dk) daha kısa olmasına rağmen aralarında istatistiksel olarak anlamlı bir fark gözlenmemiştir. Sürede meydana gelen azalmanın sebebinin eklenen her hızlandırıcının, sahip olduğu kimyasal içeriğe göre sertleşme mekanizmasına farklı etki etmesinden kaynaklandığını düşünmekteyiz.

Na_2HPO_4 hızlandırıcısının MTA'nın sertleşme süresini "fosfat etkisi" şeklinde isimlendirilen bir mekanizmayla hızlandırdığı bildirilmektedir (Ding ve ark 2008, Huang ve ark 2008). MTA içerisinde bulunan ve suyla temas ettiği anda suya geçmeye başlayan Ca ve/veya silikatların (C3S,C2S) fosfat (PO_4) iyonlarıyla birleşmesi sonucu güçlü iyonik bağlar oluşmakta ve kalsiyum silikat hidratların (C-S-H) formasyonu güçlenmektedir. C-S-H formasyonunun güçlenmesi sertleşme reaksiyonunun hızlı olduğunu göstermektedir (Ding ve ark 2008, Oloomi ve ark

2013). Kalsiyum Laktat Glukonat (CLG)'ın ise simanın içerisine Ca^{+2} iyonlarının hızlı bir şekilde geçmesini ve karışımın kısa sürede doygun hale gelmesini sağlayarak sertleşmeyi hızlandırdığı bildirilmiştir (Hsieh ve ark 2009). Bu çalışmanın sonuçlarına göre % 23,1 CLG oranındaki hızlandırıcının MTA'nın başlangıç sertleşme mekanizmasına % 15 Na_2HPO_4'ten daha hızlı etki ettiği görülmektedir.

$CaCI_2$'ün etki mekanizması ise tam olarak anlaşılamamakla birlikte, başlangıç döneminin hızlı olmasından sorumlu partiküllerden olan trikalsiyum alüminat ($3CaO.Al_2O_3$) ile reaksiyona girerek kloroalüminate ($AlCI_4$) yapısını oluşturup reaksiyonu hızlandırdığı bildirilmiştir (Bortoluzzi ve ark 2008). Tez çalışmamızda en uzun başlangıç süresine 8,5 dk ile % 10 $CaCI_2$' ün sahip olduğu görüldü ve $CaCI_2$ grubu kontrol ve diğer deney gruplarından istatistiksel olarak farklı bulunmuştur. Bunun nedeninin % 10 $CaCI_2$'ün sertleşme mekanizmasının "uyku dönemine", % 10 Na_2CO_3, % 23,1 CLG ve % 15 Na_2HPO_4'ten daha yavaş etki etmesinden kaynaklandığını düşünmekteyiz. Ayrıca bu sürenin toz/likit oranına, uygulama sahasının ısısına, alandaki nem varlığına ve karışım içindeki hava kabarcıklarına bağlı olarak değişebileceği de ifade edilmiştir (Parirokh ve Torabinejad 2010).

Başlangıç sertleşme süresinin kısa olması, simanın dokuya kolay taşınmasını ve doku içindeki çözünürlüğünün azalmasını sağlamaktadır (Kao ve ark 2009). Bu şekilde dolgu maddesi istenilen bölgede konumlandırılabilmekte, etkinliği istenilen düzeyde olmakta ve doku sıvılarından en az düzeyde etkilenmektedir (Hsieh ve ark 2009). Çalışmamızın sonuçlarına göre % 10 Na_2CO_3'ın başlangıç süresini kısaltmasıyla; MTA'nın taşınabilirlik ve şekillendirilebilme özelliğinin de artabileceği düşünülmektedir.

Final sertleşme süresi MTA tozunun su ile birleştiği an ile simanın katılaştığı an arasında geçen süredir (Kogan ve ark 2006). Bu tez çalışmasında hızlandırıcı eklenmiş deney ve kontrol gruplarının final sertleşme süreleri ölçüldü. Torabinejad ve ark (1995), Gillmore aparatıyla beyaz MTA'nın sertleşme süresini ölçtükleri çalışmada final sertleşme süresini 2 saat 45 dk olarak bulmuşlardır. Islam ve ark (2006a) aynı yöntemi kullanarak yaptıkları çalışmada gri MTA'nın sertleşme süresini 2 saat 50 dk, beyaz MTA'nın sertleşme süresini ise 2 saat 25 dk bulmuşlardır. Gandolfi ve ark (2009) Gillmore iğnesiyle gri MTA'nın sertleşme süresini 2 sa 50 dk olarak hesaplamıştır. Bu çalışmalara gri MTA'nın final sertleşme süresini beyaz MTA'dan uzun bulunmuştur. Ber ve ark (2007) Vicat aparatı kullandıkları çalışmada

final sertleşme süresini 3 saat 22 dk olarak ölçmüşlerdir. Hsieh ve ark (2009)'ı beyaz MTA' nın sertleşme süresini Vicat aparatıyla test ettiklerinde final sertleşme süresini 155 dk bulmuşlardır. Görüldüğü gibi yapılan çalışmalarda aynı materyal kullanılmasına rağmen sertleşme süreleri arasında farklılıklar mevcuttur. Bunun başlıca sebebi farklı ağırlık ve çaptaki iğnelere sahip Vicat ve Gillmore iğnesinin kullanımından kaynaklanmaktadır.

Kogan ve ark (2006)'nın yaptığı çalışmada gri MTA'ya eklenen farklı hızlandırıcıların MTA'nın final sertleşme süresine etkisi değerlendirilmiştir. Test 300 gr ağırlığında 1 mm çapta Vicat aparatı ile yapılmış, sonuç olarak kontrol grubu olan gri MTA'nın sertleşme süresi 50 dk ölçülmüştür (Kogan ve ark 2006). Kogan ve ark (2006) çalışmalarında gözlenen kısa sertleşme süresinin sebebi MTA'nın içeriğinin ilk üretilişinden bu yana değişmiş olabileceğiyle ilişkilendirilmiştir. Trobinejad ve ark (1995)'nın yaptıkları çalışmada MTA'nın temel yapısını kalsiyum (Ca) ve fosfor (P) iyonlarının oluşturduğu bildirilmiştir. MTA'nın kimyasal kompozisyonunun incelenmesinden sonra, Asgary ve ark (2005), yaptıkları çalışmada MTA'nın ilk üretiminden bu yana önemli değişikliklerin mevcut olduğu ve Ca/P oranlarındaki azalmanın MTA'nın sertleşme süresinde değişikliklere neden olabileceğini iddia etmişlerdir. Tez çalışmasında kontrol grubu olan beyaz MTA'nın final sertleşme süresi 71 dk olarak ölçüldü. Çalışmamızın sonucu Kogan ve ark (2006)'nın bulduğu sonucu destekler niteliktedir.

Hsieh ve ark (2009)'nın yaptıkları çalışmada beyaz MTA'ya % 23,1 CLG ve % 10 $CaCI_2$ hızlandırıcıları eklenerek simanların final sertleşme süreleri ölçülmüştür. Final sertleşme süresi testi 300 gr ağırlığında geleneksel Vicat iğnesi her 5 dakikada inecek şekilde, siman içerisinde 1 mm'den az derinlik oluşturana kadar yapılmıştır. Kontrol grubu olan beyaz MTA' nın sertleşme süresi 155 dk, % 10 $CaCI_2$ grubunun 21,0 dk., % 23,1 CLG grubunun 12,3 dk olarak bulunmuştur. Bu tez çalışmasında 300 gr ağırlıkta, 1 mm çapında otomatik Vicat iğnesi ile yapılan final sertleşme süresi testinde; kontrol grubunun 71 dk'da, % 10 $CaCI_2$ grubunun 51 dk'da, % 23,1 CLG grubunun da 22 dk'da final sertliğine ulaştığı görüldü. Final sertleşme süresi sonuçlarımız, Hsieh ve ark (2009)'nın yaptığı çalışmayla benzer şekilde, % 23,1 CLG ve % 10 $CaCI_2$ hızlandırıcı olarak süreyi kısalttığını göstermektedir. % 23,1 CLG ve % 10 $CaCI_2$ gruplarının final sertleşme süresinde meydana gelen kısalmanın sebebinin yüksek çözünürlüğe sahip Ca^{+2} bileşenlerinin çözeltiyi hızlı bir şekilde

doygun hale gelmesini sağlamasından kaynaklandığı iddia edilmektedir (Hsieh ve ark 2009).

Bortoluzzi ve ark (2009) yaptıkları çalışmada MTA'ya % 10 $CaCI_2$ eklenmiş ve final sertleşme süresine etkisi Gillmore iğnesiyle ölçülmüştür. Bu çalışmada diğer deneylerden farklı olarak $CaCI_2$ toz halinde kullanılmış ve 0.18 ml su ile karıştırılmıştır. Sertleşme süresi testi 37^oC sıcaklıkta, siman yüzeyinde iğne derinlik oluşturamayana kadar devam ettirilmiştir. Sonuç olarak kontrol grubunun sertleşme süresi 48 dk, % 10 $CaCI_2$ eklenen grup 31 dk olarak bulunmuştur. Tez çalışmamızın sonuçlarına göre final sertleşme süresi kontrol grubunda 71 dk, % 10 $CaCI_2$ grubunda 51 dk olarak ölçülmüştür. Çalışmamızda sertleşme süresinin sonuçları; Bortoluzzi ve ark (2009)'nın çalışmasıyla benzerlik göstermekle birlikte reaksiyon süresinin daha kısa olması kullanılan toz/likit oranının daha düşük olmasından ve deneyin yüksek sıcaklıkta yapılmasından kaynaklandığını düşünmekteyiz. $CaCI_2$ grubunda görülen final sertleşme süresindeki kısalmanın olası açıklamarından birinin; $CaCI_2$'ün siman porlarına ilerleyerek silikaların hidratasyonunu arttırdığı, hızlı kristalizasyon oluşumunu ve sertleşme süresinin kısalmasını sağladığı şeklindedir (Bortoluzzi ve ark. 2009).

Kogan ve ark (2006) tarafından yapılan çalışmada % 3 $CaCI_2$ ve % 5 $CaCI_2$ hızlandırıcısının gri MTA'nın final sertleşme süresine etkisi Vicat aparatıyla test edilmiştir. Çalışmanın sonucunda % 3 $CaCI_2$'ün sertleşme süresini değiştirmediği, % 5 $CaCI_2$'ün gri MTA'nın sertleşme süresini yarı yarıya azalttığı bildirilmiştir (Kogan ve ark 2006). Lee ve ark (2011) yaptıkları çalışmada MTA'ya % 10 $CaCI_2$, % 0,1 $C_6H_8O_7$ (Sitrik Asit), CLG (oranı belirtilmemiş) eklenmiş ve final sertleşme süresine etkisi Vicat iğnesiyle ölçülmüştür. Sertleşme süresi testi, siman yüzeyinde iğne derinlik oluşturamayana kadar devam ettirilmiştir. Sonuç olarak hızlandırıcı eklenen gruplarda sertleşme süresinde kısalma gözlenmiştir. Kontrol grubunun sertleşme süresi 108 dk, % 10 $CaCI_2$ eklenen grup 74 dk % 0,1 $C_6H_8O_7$ eklenen grubun 71 dk, CLG grubunun 13,9 dk bulunmuştur. Tez çalışmamızın sonuçlarına göre final sertleşme süresi % 10 $CaCI_2$ grubunun 51 dk, % 23,1 CLG grubunun da 22 dk olarak bulunmuş, kontrol ve deney grupları arasında istatistiksel fark olduğu görülmüştür. Lee ve ark (2011)'nın çalışmasına benzer olarak % 10 $CaCI_2$ ve % 23,1 CLG MTA'nın final sertleşme süresini kısaltmada başarılı bulunmuştur.

Huang ve ark (2008), farklı oranlardaki Na_2HPO_4 çözeltisinin beyaz MTA'nın final sertleşme süresine etkisini test etmişlerdir. Final sertleşme süresi 453 g ağırlıktaki Gilmore aparatı ile ölçülmüş ve siman içerisinde 1 mm'den az derinlik alınınca test sonlandırılmıştır. Kontrol grubu olan beyaz MTA 151 dk'da sertleşirken, % 15'lik Na_2HPO_4 solüsyonu eklenen grup 26 dk'da final sertliğine ulaşmıştır. Ding ve ark (2008) tarafından yapılan çalışmada beyaz MTA'ya % 5, % 10, % 15 Na_2HPO_4 solüsyonları eklenerek final sertleşme süresi ölçülmüştür. Test 37^oC sıcaklıkta, 453 gr ağırlıkta, 2 mm çaptaki Gillmore iğnesi ile yapılmıştır. Sonuç olarak en kısa sertleşme süresi % 15 Na_2HPO_4 grubunda 38,3 dk olarak bulunmuştur. Tez çalışmamızın sonuçlarına göre % 15 Na_2HPO_4 grubu final sertleşme süresini 71 dk'dan 43 dk'ya düşürmüştür. Araştırmacılar çalışmalarının sonucunda solüsyon halinde olan % 15 Na_2HPO_4'ün MTA' nın sertleşme süresini kısalttığını ve klinik kullanım için uygun olduğunu bildirmişlerdir (Huang ve ark 2008, Ding ve ark 2008).

Na_2CO_3 bileşiği, diş hekimliğinin farklı alanlarında kullanılmakla birlikte hidrolik simanların hidratasyonunu hızlandırmak amacıyla kullanıldığına dair herhangi bir çalışmaya rastlanılmamıştır. Bu nedenle % 10 Na_2CO_3 deney grubunun final sertleşme süresi sonuçları literatürle karşılaştırılamadı. Tez çalışmamızın sonucunda kontrol grubunun 71 dk'da, % 10 Na_2CO_3 grubu 54 dk'da sertleşmiştir. Elde edilen bu sonuç % 10 Na_2CO_3 grubu ile kontrol, % 15 Na_2HPO_4, % 10 $CaCI_2$, % 23,1 CLG grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı farka neden olmuştur. Çalışmamızda hızlandırıcı olarak kullanılan % 10 Na_2CO_3 bileşiği MTA'nın sertleşme süresini kısaltmıştır.

Yapılan çalışmalarda, eklenen maddelerin MTA'nın sadece olumsuz özelliğini iyileştirmekle kalmadığı bunun yanında fiziksel, kimyasal ve biyolojik özelliklerini değiştirdiği bildirilmiştir (Kogan ve ark 2006, Bortoluzzi ve ark 2008, Lee ve ark 2011). Bu nedenle sertleşme süresinin yanında MTA'nın kimyasal içeriği, yüzey morfolojisi, pH değeri, hazırlanma oranı, dentin duvarlarına adaptasyonu gibi birçok özelliği test edilmelidir (Bortoluzzi ve ark 2008).

İdeal bir kök ucu dolgu maddesi/perforasyon tamir materyali, biyoaktif bir materyal olmasının yanında dentine bağlanabilmeli, dolguyu yerinden çıkartmaya yönelik kuvvetlere direnç gösterebilmelidir (Hsieh ve ark 2009). Dolgu materyalinin, sayılan özelliklere sahip olması durumunda yapılacak endodontik tedavinin başarısı

artmaktadır (Reyes-Carmona ve ark 2010b). Hızlandırıcı eklenen MTA simanının mekanik özellikleri değişebilmektedir (Kogan ve ark 2006). Bu nedenle MTA'ya eklenen hızlandırıcıların kök kanal dentinine bağlanma dayanımına etkisi test edilmiştir. Bağlanma dayanımının test edilmesinde farklı test yöntemleri kullanılmaktadır (Della Bona ve van Noort 1995, Patierno ve ark 1996). Kök ucu dolgu maddesinin dentine bağlanmasının ölçülmesinde; etkin, pratik ve güvenilir bir yöntem olarak push-out bağlanma dayanımı testi gösterilmektedir (Reyes-Carmona ve ark 2010a, Guneser ve ark 2013). Push-out bağlanma dayanımı testi ile test düzeneğine uygulanan kuvvet dentin tübüllerine dik, bağlantı yüzeyine paralel gelerek kök kanalı içerisindeki kuvvetleri klinik olarak taklit etmede daha başarılıdır. Diğer bağlanma dayanımı testlerinde (gerilim ve makaslama) koronal dentinden hazırlanan dentin diskleri kullanılırken, push-out yönteminde kök dentininin kullanılması önemli bir avantajdır. Push-out bağlanma dayanımı testi düşük bağlanma dayanımı olan kök kanal dolgu maddelerinin değerlendirilmesine olanak tanımaktadır. Bu nedenlerden dolayı çalışmamızda farklı hızlandırıcı eklenmiş MTA'nın ve kontrol grubunun dentine bağlanma dayanımı push-out bağlanma dayanımı testi ile ölçüldü.

Smear tabakasının varlığında, dentin ile kök kanal dolgusu arasındaki kimyasal bağlantının tam olarak sağlanamayacağı bildirilmiştir. Bundan dolayı, smear tabakasının uzaklaştırılması patın dentin tübüllerine penetrasyonuna imkân tanır ve dentin ile pat arasında daha iyi bir bağlantı oluşmasını sağlar (Gettleman ve Aguirre 1993). Ancak Saleh ve ark (2008)'nın yaptığı çalışmada, kök kanal patlarının açığa çıkmış dentin tübüllerine penetrasyon göstermedikleri ve tübüler penetrasyon gösteren tüm patların da bağlanma dayanımlarının yüksek olmadığı bildirilmiştir. Bu nedenle, pat tıkaçlarının penetrasyonu ile yaratılan mikromekanik retansiyon, kök kanal patlarının adezyonunu etkileyen tek faktör değildir (Oksan ve ark 1993). Sıklıkla kök ucu dolgu/perforasyon tamir materyali olarak kullanılan MTA periradiküler bölgeyle bire bir ilişkidedir ve dolgu materyali yerleştirilmeden önce çevre dokuların irrite olmaması amacıyla EDTA kullanılmamaktadır (Gettleman ve Aguirre 1993). Çalışmamızda MTA, klinik şartları taklit etmek amacıyla kök kanalına direk olarak uygulanmıştır.

Push-out bağlanma dayanımı testinde elde edilen sonuçlar; kullanılan dolgu malzemesinin çeşidi, dentin diskinin kalınlığı, dolgu yerleştirilmiş dentin disklerinin temas ettiği ortam, deney süresinin uzunluğu gibi faktörlerden etkilenmektedir (Gancedo-Caravia ve Garcia-Barbero 2006, Shokouhinejad ve ark 2010). Push-out testi, bütün halindeki post yüzeyinde veya kalın kök dilimlerine uygulandığında, bağlanma ara yüzeyinde yoğun ve düzensiz streslerin geliştiği iddia edilmiştir (Patierno ve ark 1996, Gallo ve ark 2002). Bu engeller, örnek kalınlığının 1-2 mm'ye indirilmesi ile çözümlenmiştir (Reyes-Carmona ve ark 2010a, Guneser ve ark 2013). İnce dentin diskleri kullanılarak hem düzensiz stres dağılımı en aza indirilmiş hem de kök kanalı içinde bölgesel farklılıkların test edilmesine olanak verilmiştir (Loxley ve ark 2003). Bu tez çalışmasında push-out test düzeneğinde kullanılmak için hazırlanan dentin disklerinin kalınlığı 2 mm olarak belirlenmiştir.

MTA kök dolum veya perforasyon materyali olarak istenilen bölgeye yerleştirildiğinde yoğun bir şekilde ağız sıvılarına (kan, plazma, tükürük) maruz kalmaktadır (Parirokh ve Torabinejad 2010). Arens ve ark (1996), nemin MTA'nın sertleşmesini olumlu etkilemesinden dolayı MTA yerleştirilmiş diş yüzeylerinin kök kanal boşluğuna bakan kısmına nemli pamuk yerleştirilmesini tavsiye etmişlerdir. Farklı nemli ortamların MTA dolgu materyalinin dentine bağlanma üzerine etkisini ölçmek amacıyla deiyonize suyla ıslatılmış pamuk pelet, nemli poliüretan köpük, fosfat tampon çözeltisi, kan, düşük ve yüksek pH'a sahip sıvı çözeltiler gibi farklı düzenekler kullanılmıştır (Gancedo-Caravia ve Garcia-Barbero 2006, Bortoluzzi ve ark 2009, Salem Milani ve ark 2013). Sonuç olarak MTA'nın dentine bağlanma dayanımı doğru orantılı olarak yüksek alkali ortamlarda yüksek, düşük alkali ve asidik ortamlarda ise düşük bulunmuştur (Lee ve ark 2004, Saghiri ve ark 2012). Ayrıca aktif hidrofilik bileşenlere sahip MTA'nın nemli ortamda, kuru ortama göre daha yüksek bağlanma dayanımı gösterdiği bildirilmiştir (Gancedo-Caravia ve Garcia-Barbero 2006). Tez çalışmamızda klinik uygulamayı taklit etmek amacıyla dentin disklerinin hem alt hem üst yüzeyinin nemli kalmasını sağlamak amacıyla distile suyla nemlendirilmiş pamuk pelet kullanıldı.

Push-out test düzeneğinde bağlanma dayanımını etkileyen faktörlerden biri de dentin disklerinin bulunduğu ortamla temas süresidir (Güneser ve ark 2013). Dentin disklerine yerleştirilmiş MTA'nın nemli ortamda bağlanma dayanımı ilk 72 saatte büyük bir artış, 21 güne kadar da hafif bir artış göstermiştir (Sluyk ve ark 1998,

Darvell ve Wu 2011). Literatür bilgisi ışığında çalışmamızda materyalin kök dentinine retansiyonun en fazla görüldüğü zaman dilimi olan 72. saatte ölçüm yapıldı.

Literatür incelendiğinde beyaz MTA'nın kök kanal dentinine bağlanma dayanım değerleri 1,66-9,46 MPa arasında olduğu bildirilmiştir (Milani ve ark 2013, Almedia ve ark 2013, Guneser ve ark 2013). Çalışmamızda beyaz MTA'nın kök kanal dentinine bağlanma dayanımı 3,28 MPa ile yukarıda belirtilen aralıkta yer almaktadır. Aynı materyal kullanılmasına rağmen farklı bağlanma değerlerinin elde edilmesinin nedenleri arasında dentinin karmaşık organik yapısı, aksesuar kök kanalları, rezorpsiyon alanları, değişen miktardaki düzensiz sekonder dentin gibi kök kanal dentini yapısındaki varyasyonlar gibi dişe ait özelliklerin yanında, kök kanalının farklı solüsyonlarla irrige edilmesi, dentin disklerinin farklı yöntemlerle doldurulması, dentin disklerinin temas ettiği ortam, disklerin kalınlıkları gibi değişkenler sayılabilir (Roberson ve ark 2002, Parirokh ve Torabinejad 2010, Darvell ve Wu 2011).

Endodontik dolgu materyalleri dentin dokusuna "kimyasal" ve "mekanik" mekanizmalarla bağlanmaktadır (Çalışkan 2006). Kimyasal bağlantı, iki maddenin atom veya moleküllerinin birbiri ile ilişki içinde olması, mekanik bağlantı ise bir yüzeyin diğer yüzeye kenetlenmesidir (Swift ve ark 1995, Çalışkan 2006). MTA'nın sertleşme süresini kısaltmak ve akışkanlığını azaltmak amacıyla eklenen CLG solüsyonun radiküler dentine bağlanmadaki etkinliğinin değerlendirildiği herhangi bir çalışmaya rastlanılmamıştır. Çalışmamızda hızlandırıcı eklenmiş deney grupları arasında en düşük bağlanma dayanımının 1.36 MPa ile % 23,1 CLG eklenen MTA grubuna ait olduğu görüldü. Çalışmamızda en düşük bağlanma dayanımı değeri gösteren % 23,1 CLG grubunda hem kimyasal hem mekanik bağlantının zayıf düzeyde gerçekleştiğini düşünmekteyiz. Kimyasal bağlantının zayıf olmasının sebebi Ca iyon salma özelliği iyi olan CLG'nin, simanın sertleşme reaksiyonu hızlanırken Ca^{+} iyonlarının siman porlarına hareket etmesiyle dentine doğru daha az genleşme gerçekleşmesi şeklinde açıklanabilir. Mekanik bağlantının zayıf olmasının sebebinin ise % 23,1 CLG eklenen MTA'nın yüzey morfolojisinden kaynaklandığını düşünmekteyiz. Çalışmamızda elde edilen SEM görüntülerinde CLG grubunda büyük partiküller ve düz yüzeyler gözlendi. Büyük partiküllere bağlı olarak dentin tübülleriyle siman arayüzündeki retansiyonun zayıf olabileceğini düşünmekteyiz.

de Almeida ve ark (2013)'nın yaptıkları çalışmada % 10 $CaCI_2$ eklenmiş MTA'nın push-out testi ile kök kanal dentinine bağlanma dayanımı ölçülmüştür. MTA Branco (MTA, Angelus, Brazile) kullanılarak hazırlanan dentin diskleri pamuk peletle 72 saat süresince nemlendirilmesinin ardından bağlanma dayanımı ölçülmüş; kontrol grubunun 3,83 MPa, MTA+% 10 $CaCI_2$ grubunda dentin bağlanma dayanımı 2,94 MPa bulunmuştur (Almedia ve ark 2013). Çalışmamızda kontrol grubunun bağlanma dayanımı 3,28 MPa iken % 10 $CaCI_2$ eklenen MTA'da 2,73 MPa'dır ve bağlanma dayanımındaki düşüş istatiksel olarak anlamlıdır. MTA'ya $CaCI_2$ eklenmesi, dolgu maddesinin kök dentinine bağlanma dayanımını olumsuz etkilediği rapor edilmiştir (de Almeida ve ark 2013). $CaCI_2$ eklenen MTA'nın bağlanma dayanımındaki düşüşün çeşitli nedenleri olabileceği düşünülmektedir. Bunlardan biri simanın sertleşme süresi hızlanırken $CaCI_2$'ün siman porlarına hareket etmesi nedeniyle daha az genleşme gözleneceği böylece dentine daha düşük bir bağlanma gerçekleşeceği şeklindedir (Ramachandran 1995, de Almeida ve ark 2013). Diğer bir neden; push out test düzeneğinde kullanılan nemli pamuktan kaynaklanan nemin simanın toz/likit oranını değiştirdiği ve partiküllerin koheziv kuvvetlerini azalttığı buna bağlı olarak da dentine bağlanma dayanımını azalttığı bildirilmektedir (Fridland ve Rosado 2003).

Saghiri ve ark (2012), beyaz MTA, Angelus, Bioaggregate ve nanoteknoloji ile üretilmiş nano partikül içerikli MTA'nın dentine bağlanma dayanımını test etmişlerdir. Nano- BMTA adını verdikleri MTA'nın içinde disodyum hidrojen fosfat (Na_2HPO_4), bizmut oksit (Bi_2O_3), trikalsiyum silikat (Ca_3SiO_5), dikalsiyum silikat (Ca_2SiO_4), kalsiyum sülfat ($CaSO_4$), alçı ($CaSO_4.2H_2O$), stronsiyum karbonat ($SrCO_3$), zeolite (M2/No.A12O3.SiO2.yH2O), trikalsiyum alüminat ($Ca_3Al_2O_6$) bulunmaktadır. Yapılan bu çalışmada kök kanal dentinine en yüksek bağlanma dayanımını 138,48 MPa ile Na_2HPO_4 içerikli deneysel MTA grubunda, azalan sırayla 110,73 MPa Angelus ve 25,64 MPa ile Bioaggregate grubunda görülmüştür. Tez çalışmamızda % 15 Na_2HPO_4 hızlandırıcısı 3,28 MPa'lık bağlanma dayanımını 4,82 MPa çıkartarak MTA'nın kök kanalına bağlanma dayanımını arttırmıştır. Çalışmamızda deney ve kontrol gruplarından aldığımız SEM görüntülerinde % 15 Na_2HPO_4'in yüzey morfolojisinde kontrol grubundan farklı olarak birbirine bağımlı irili-ufaklı köşegen yapıda partiküller ve C-S-H jelinin karakterize görüntüsü olan "altıgen kristaller" görülmüştür. % 15 Na_2HPO_4 hızlandırıcısının MTA simanı

yüzeyinde oluşturduğu değişikliklerin kök kanalına bağlanma dayanımını etkilediğini düşünmekteyiz.

Yapılan literatür incelemelerinde Na_2CO_3 hızlandırıcısının MTA'ya eklendiğinde kök kanal dentinine bağlanımına etkisinin değerlendirildiği bir çalışmaya rastlanılmamıştır. Çalışmamızda en yüksek bağlanma dayanımı 9,91 MPa ile % 10 Na_2CO_3 grubunda görülmüştür. MTA'nın furkasyon perforasyonlarına/kök ucuna yerleştirilmesi durumunda dolgu maddesi üzerine oklüzal yük geleceği için bağlanma dayanımı önemli bir değerdir (Lussi ve ark 1995, Guneser ve ark 2013). Dolgu maddesi tamir bölgesine direkt kondanse edilmesi sırasında 6-9 MPa aralığında bir stres açığa çıkabilmektedir (Lussi ve ark 1995). Çalışmamızda 6-9 MPa aralığında bağlanma dayanımı gösteren tek grup % 10 Na_2CO_3 grubudur.

Araştırmacılar, MTA'nın sertleşme reaksiyonu sırasında radiküler dentin/siman arayüzünde kimyasal bir bağ oluştuğunu bildirmişlerdir (NK ve ark 2002, El-Ma'aita ve ark 2013). Doku sıvısı varlığında "karbonapatit" diye isimlendirilen hidroksiapatite benzer bir yapının şekillendiği bildirilmiştir (Reyes-Carmona ve ark 2010b). MTA simanı içerisinde çözünmüş CO_3 (karbonat) iyonlarının dentindeki Ca^{+2} iyonları ile birleşerek kimyasal bir bağlanma gerçekleştiği şeklinde açıklanabilir (Matschei ve ark 2007, Huan ve Chang 2008). Çalışmamızda kullanılan % 10 Na_2CO_3 grubunda gözlenen yüksek bağlanma dayanımının sebebinin eklenen hızlandırıcıda çözünen CO_3 iyonlarının dentin dokusuyla kimyasal olarak bağlantı yapmasından kaynaklanabileceğini düşünmekteyiz.

X ışınları ve elektromikroskop ile yapılan incelemelerde kalsiyum silikat hidratların genellikle lif veya ince yaprak/düzlem halinde olmak üzere farklı şekillerde oluştukları görülmüştür (Collins ve ark 2004). Gerek lif şeklinde olanlar gerekse düzlem/yaprak şeklinde olanlar fazla boşluk içermekte olduğundan fazla su absorbe eğilimi içerisindedir. Bu özellik sayesinde partiküller daha kolay hidrate olabilmektedir (Collins ve ark 2004). Kalsiyum silikat (C-S-H) meydana gelirken, $Ca(OH)_2$ altıgen kristaller şeklinde oluşarak diğer hidratasyon ürünleri arasında köprüler kurmaktadır (Camilleri 2007). Kalsiyum silikat hidratların artması sonucunda oluşan lifler ve yapraklar büyür ve birbirleri ile kaynaşarak dayanımın zamanla artması sağlanır (Özer 2009). Tez çalışmamızda kök kanal dentinine kontrol grubuna göre üstün bağlanma sergileyen ve siman yüzeylerinde altıgen düzlemlerin

görüldüğü % 15 Na_2HPO_4 ve % 10 Na_2CO_3 gruplarıdır. Literatür bilgisine uygun olarak çalışmamızda da SEM analizindeki altıgen yaprakların MTA simanın kök dentinine bağlanmayı olumlu etkilediği gözlenmiştir.

MTA dentin arayüzünde en sık gözlenen kırılma tipinin adeziv tip olduğu bildirilmiştir (Saghiri ve ark 2012). Çalışmamızda stereomikroskopta incelen bağlanma ara yüzeylerinde en fazla kırılma adeziv tipte görülmüştür. Çalışmamızda elde edilen sonuçlar literatürle paralel niteliktedir. Adeziv kırılmanın fazla görülmesinin nedeninin, dentin disklerinde bulunan MTA'nın nemli ortama maruz kalma süreleriyle ilişkilendirilmiştir. Zamana bağlı olarak nemli ortamda bulunan MTA'nın kök kanalına bağlanma dayanımı artmaktadır (Darvell ve Wu 2011). Bu nedenle kök kanalına bağlanma dayanımı daha uzun süreli test edilirse bağlanma tipinin de değişeceği düşünülmektedir (Vanderweele ve ark 2006, Saghiri ve ark 2010, Shahi ve ark 2012, de Almeida ve ark 2013).

Guneser ve ark (2013)'nın, farklı kök kanal tamir materyallerinin radiküler dentine bağlanma dayanımını değerlendirdikleri çalışmada, MTA grubunda bağlanma dayanımı 3,86 MPa; kırılma tipleri de % 45 adeziv, % 25 koheziv, % 30 miks bulunmuştur. Çalışmamızda hızlandırıcı eklenmemiş MTA'da radiküler dentine bağlanma dayanımı 3,28 MPa; kırılma tipleri de % 65 adeziv, % 35 miks tip bulunmuştur. Guneser ve ark (2013) MTA'da görülen farklı tip kırılmaların simanların içerisindeki farklı boyutlardaki partiküllerden kaynaklanabileceğini bildirmişlerdir. Bu çalışmada da benzer olarak, farklı tip kırılmaların eklenen hızlandırıcıların farklı boyutlarda olmasından kaynaklanabileceğini düşünmekteyiz.

Mohammedi ve Dummer (2011), MTA'nın kısa dönemde ulaştığı yüksek pH değerlerine MTA'dan salınan $Ca(OH)_2$'in Ca^{+2} ve OH^- iyonlarına ayrışmasıyla elde edildiğini bildirmiştir. Yükselmiş pH ile birlikte protein denatürasyonu gerçekleşir, bakteri DNA'sı ve membranları zarar görerek canlılığını yitirir ve gram negatif bakterilerin ürettiği bir toksin olan lipopolisakkaritlerin inaktive olmasını sağlayarak antibakteriyel etkinlik ortaya çıkmasını sağlar (Namazikhah ve ark 2008). MTA'nın olumsuz özelliklerini ortadan kaldırmak için eklenen kimyasalların aynı zamanda MTA'nın olumlu özelliklerinin aynı şekilde kalmasını veya gelişmesini sağlamalıdır (Kogan ve ark 2006, Hsieh ve ark 2009). Bu sebeplerden dolayı eklenen kimyasalların MTA'nın pH'sına olan etkisi araştırılması gereken önemli bir parametredir.

Çalışmalarda pH değerini ölçmek için çeşitli yöntemler kullanılmıştır . En çok tercih edilen yöntemler arasında pH'ın indikatör solüsyonları, indikatör kağıtları ve pHmetre kullanımı sayılmaktadır (Tronstad ve ark 1981, Nerwich ve ark 1993, Aksoy 2012). pH indikatör solüsyonlarının ve indikatör kağıtlarının pratik kullanımının yanı sıra anlık ölçüm alınamaması, aşırı renkli sıvıların ölçümünde renk kodlarının etkilenmesi gibi dezavantajlarından dolayı hassas ölçüm yapılacak deneylerde tercih edilmemektedir (Nerwich ve ark 1993). Bu tez çalışmasında örneklerin içinde bulunduğu sıvı ortamın pH'sı günümüzde en geçerli metod olan 0,01 hassasiyetinde değer veren pH metre kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Hsieh ve ark (2009)'nın yaptıkları çalışmada 6 mm çapta ve 12 mm yükseklikteki teflon kalıplarla CLG eklenmiş MTA'nın pH ölçümü yapılmıştır. pH testi ölçümleri 10 dk, 20 dk, 30 dk, 1 s, 3 s, 24 s, 48 s ve 72 s aralığında tekrarlanmıştır. Sonuç olarak % 23,1 CLG grubunun pH değeri 11,81, kontrol grubunun ise pH değeri 12,29 olarak bulunduğu bildirilmiştir. Tez çalışmamızda aynı boyutlardaki kalıplar kullanılarak 72 saat sonunda elde edilen pH değerleri kontrol grubu 11,83, % 23,1 CLG grubu 11,25 olarak bulunmuştur. Lee ve ark (2011)'nın yaptıkları çalışmada MTA (Tulsa,Dentsply,Tulsa,UK) ve % 10 $CaCI_2$, % 23,1 CLG hızlandırıcısı eklenen deney gruplarının pH değerleri 0 dk, 10 dk, 3 s, 6 s ve 24 s'lik aralıklarla ölçülmüştür. Elde edilen değerlere göre hızlandırıcı eklenmiş her iki deney grubu da kontrol grubundan daha düşük pH değerine sahip olduğu görülmüştür. Çalışmamızda elde ettiğimiz sonuçlar göre hem % 23,1 CLG hem de % 10 $CaCI_2$ yukarıdaki çalışmalarla benzer şekilde kontrol grubundan daha düşük pH değerlerine sahiptir. Hızlandırıcı eklenen grupların başlangıç ölçümlerinde kontrol grubundan daha düşük pH değeri göstermesinin nedeninin kullanılan solüsyonların daha asidik olmasından kaynaklandığını düşünmekteyiz.

Frinland ve ark (2005), yaptıkları çalışmada MTA simanın pH aralığının 78 günlük süreçte 11 ila 12 aralığında olduğunu bildirmişlerdir. Çalışmamızda 2 haftalık ölçümler sonucunda kontrol ve deney gruplarının pH değerleri 11,24-12,15 aralığında bulunmuştur. Bonesvoll ve ark (1977) birçok bakterinin pH değeri 6,5-7,5 arasında olan kök kanal ve çevre dokularda çoğalabileceğini, ortamın pH değerinin 9 ve üzerine çıkması durumunda mikroorganizmaların hücresel aktiveteleri geri dönüşümlü veya dönüşümsüz zarar gördüğünü bildirmiştir. Çalışmamızda hızlandırıcı eklenen bütün deney grupları 1. dk'dan itibaren alkali özellik göstermiş

ve zamana bağlı olarak ilk 24 saatte yüksek alkali değere ulaşmıştır. Bu sonuçlar MTA'ya eklenen hızlandırıcıların MTA'nın yüksek pH özelliğini olumsuz etkilemediğini göstermektedir.

X ışını kırınım faz analizi (XRD), alaşımların yapılarını araştırmada, dental alaşımların oksidasyonunun, metal seramik ara yüzlerinin ve simanların kristal yapılarının belirlenmesinde yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir (Ohno ve ark 1983, Brantley ve ark 1995). Torabinejad ve ark (1995), X ışını kırınım faz analizi sonucunda gri MTA'nın öncelikli olarak trikalsiyum silikat (C3S) ve dikalsiyum silikattan (C2S) oluştuğunu, ilave olarak da az miktarda trikalsiyum alüminat ve tetrakalsiyum alüminoferrit alaşımlarından meydana geldiğini bildirmişlerdir.

Tez çalışmamızda kontrol ve deney gruplarının kimyasal yapılarını araştırmak için XRD yöntemi kullanılmıştır. XRD yöntemini, fazları kendisini oluşturan elementler cinsinden değil de, örnek içinde bulunduğu şekilde bulması, örneğe zarar vermemesi, testin yapılabilmesi için küçük miktarların yeterli olması ve testin hızlı yapılabilmesi gibi üstünlüklerinden dolayı tercih edilmiştir (Yıldırım ve Bulmuş 2009). MTA simanın sertleşme mekanizmasının bismit (Bi_2O_3), alit (C3S), belit (C2S), alüminit (C3A) gibi yüksek kristal yapıdaki fazlarla ilişkili olması nedeniyle, bu fazlar analiz edilmiştir (Camilleri 2007, Çınar 2007).

Yapmış olduğumuz bu çalışmanın X ışını kırınım faz analizleri sonucunda beyaz MTA ve deney materyalinin alit (C3S), belit (C2S), alüminat (C3A) ve bismit (Bi_2O_3) fazlarını belirledik. Hızlandırıcı eklenmiş deney gruplarının ve kontrol grubunun ana yapısının öncelikli olarak trikalsiyum silikat (C3S) ve dikalsiyum silikattan (C2S) oluştuğu, ayrıca bizmut oksit (Bi_2O_3) içerdiği tespit edilmiştir. Beyaz MTA ve deney materyalinin X ışını kırınım faz analiz grafikleri üst üste çakıştırıldığında, materyallerin içerikleri büyük ölçüde birbiriyle benzer olduğu görülmüştür.

Beyaz MTA içerisinde mevcut olan Bi_2O_3 bileşiği simanın sertleşme süresini uzatmaktadır (Grazziotin-Soares ve ark 2013). Elde ettiğimiz XRD analizinde gruplar arasında en uzun pik kontrol grubundaki Bi_2O_3 fazına aittir, en kısa Bi_2O_3 fazına ait pik ise % 23,1 CLG grubuna ait olduğu görüldü. Tez çalışmamızda en uzun final sertleşme süresi kontrol grubuna, en kısa sertleşme süresi ise % 23,1 CLG grubuna aittir. XRD analizi final sertleşme süresiyle ilişkilendirildiğinde literatürle

benzer olarak zayıf bismit (Bi_2O_3) fazıyla kısa sertleşme süresi arasında doğrusal bir ilişki vardır.

Huan ve Chang (2008)'ın yaptıkları çalışmada kemik simanının sertleşme süresini kısaltmak için kullandıkları % 10 Na_2CO_3 hızlandırıcısının kalsiyum silika içerikli simanın "alit" fazına etki ettiği bildirilmiştir. Alit fazının MTA simanın başlangıç sertleşmesinden ve erken dayanımdan büyük ölçüde sorumlu olduğu rapor edilmiştir (Camilleri 2010). Çalışmamızda, Huan ve Chang (2008)'ın çalışmasına paralel olarak, en kısa başlangıç sertleşme süresi % 10 Na_2CO_3 eklendiği deney grubunda görülmüştür.

Çalışmamızda belirlediğimiz fazlardan biri de "alit" fazdır ve büyük bir kısmını etringite oluşturmaktadır. Bu faz erken dönemdeki sertleşmeden, dayanımdan sorumludur ve en belirgin özelliği "altıgen düzlem", "dikensi kristal yapı" veya "gül yaprağı" görüntüsüdür (Collins ve ark 2004). SEM görüntüleri incelendiğinde gül yaprağı görüntüsü % 15 Na_2HPO_4 grubunda ve % 10 Na_2CO_3 grubunda gözlenmiştir. Alit faz XRD analizinde en belirgin % 10 Na_2CO_3 ($2\theta=35,52^o$), % 15 Na_2HPO_4 ($2\theta=32,49$)'de görülmüştür. Tez çalışmamızda kök dentinine bağlanma dayanımı en yüksek % 10 Na_2CO_3 grubunda, ardından da % 15 Na_2HPO_4 grubunda görülmüştür. Elde edilen yüksek bağlanma dayanımı XRD ve SEM analizi incelendiğinde, sonuçların MTA'nın kök dentinine öncelikle olarak kimyasal bağlandığını desteklemektedir.

Biyouyumlu olduğu rapor edilmiş % 15 Na_2HPO_4 solüsyonu MTA'ya hızlandırıcı olarak eklendiğinde sertleşme süresini 71 dk'dan 43 dk'ya düşürmüştür. Kök kanalına bağlama dayanımını 3,28 MPa'dan 4,37 MPa çıkarmıştır. pH analizinde ilk ölçümde kontrol grubundan düşük alkali değer göstermekle birlikte, 15 günlük süreçte artan değerlerle kontrol grubuyla benzer olarak yüksek alkali özellik göstermiştir. Yapılan XRD analizinde erken sertleşme ve erken dayanımdan sorumlu alit faz belirlenmiş, bu fazın karakteristik görüntüsü olan "altıgen düzlem" siman yüzeyinde gözlenmiştir. Elde edilen bulgular doğrultusunda MTA'ya hızlandırıcı olarak % 15 Na_2HPO_4 eklenmesi hem sertleşme reaksiyonun kısalmasına hem de test edilen fizikokimyasal özelliklerin gelişmesine katkıda bulunmuştur

Vital pulpa dokuları üzerinde etkinliği denenmiş ve biyouyumlu olduğu tespit edilmiş % 10 $CaCI_2$ ilave edilmiş MTA simanın sertleşme süresi 71 dk'dan 51 dk'ya düşmüştür. Kök kanalına bağlama dayanımını 3,28 MPa'dan 2,73 MPa düşmüştür. pH analizinde kontrol grubu ile benzer olarak yüksek alkali değeri göstermiştir. pH analizinde ilk ölçümde kontrol grubundan düşük alkali özellik göstermekle birlikte, 15 günlük süreçte artan değerlerle kontrol grubuyla benzer olarak yüksek alkali özellik göstermiştir. Yapılan XRD analizinde bismite fazının kontrol grubuna göre daha kısa olduğu gözlendi. Alınan SEM görüntülerinde birleşik globüler yüzey morfolojisi gözlenmiştir. Elde edilen bulgular doğrultusunda MTA'ya hızlandırıcı olarak % 10 $CaCI_2$ eklenmesi reaksiyonun süresini kısaltmasına rağmen, bağlanma dayanımını zayıflatmıştır.

Yüksek çözünürlüğe sahip biyouyumlu olduğu bildirilen CLG hızlandırıcı olarak MTA'ya eklendiğinde sertleşme süresi 71 dk'dan 22 dk'ya düşmüştür. Kök kanalına bağlama dayanımı 3,28 MPa'dan 1,36 MPa düşmüştür. pH analizinde, pH değerleri alkali özellik taşısa da 15 günlük süreçte kontrol grubundan daha düşük değerlere sahiptir. Elde edilen bulgular doğrultusunda MTA'ya hızlandırıcı olarak % 23,1 CLG eklenmesi MTA'nın sertleşme reaksiyonunu çok belirgin bir şekilde hızlandırmasına rağmen, fizikokimyasal özelliklerini de zayıflatmıştır.

Kemik simanı olarak canlı dokuya uygulanabilen fakat MTA'ya hızlandırıcı olarak eklendiğinde vital diş dokularıyla biyouyumu bilinmeyen % 10 Na_2CO_3, MTA'ya hızlandırıcı olarak eklendiğinde sertleşme süresi 71 dk'dan 54 dk'ya düşmüştür. Kök kanalına bağlama dayanımı 3,28 MPa'dan 9,91 MPa yükselmiştir. pH analizinde ilk ölçümde en düşük alkali değeri göstermekle birlikte, 15 günlük süreçte artan değerlerle kontrol grubuyla benzer olarak yüksek alkali değeri göstermiştir. Yapılan XRD analizinde erken sertleşme ve erken dayanımdan sorumlu alit faz gözlenmiş, bu fazın karakteristik görüntüsü olan "altıgen düzlem" siman yüzeyinde gözlenmiştir. Elde edilen bulgular doğrultusunda MTA'ya hızlandırıcı olarak % 10 Na_2CO_3 eklenmesi sertleşme reaksiyonu kısaltmış, ayrıca fizikokimyasal özellikleri belirgin bir şekilde güçlendiği görülmektedir.

5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

Farklı hızlandırıcılar eklenerek hazırlanan MTA'nın başlangıç ve final sertleşme süreleri, pH değeri, X ışını kırınım faz analizi, SEM analizi, kök kanalı dentinine bağlanma dayanımı parametreleri *in vitro* olarak araştırıldığı çalışmamızın sonuçları aşağıdaki gibidir;

- Başlangıç sertleşme süresi testinde en kısa sertleşme reaksiyon süresine % 10 Na_2CO_3, en uzun süreye ise % 10 $CaCI_2$ grubunun sahip olduğu görülmüştür.
- Yapılan final sertleşme süresi testinde hızlandırıcıların tümü MTA'nın sertleşme süresini kısaltmada etkili olmuşlardır. En kısa sürede sertleşen % 23,1 CLG iken bunu % 15 Na_2HPO_4, % 10 $CaCI_2$, % 10 Na_2CO_3 grupları takip etmiştir.
- Kök kanalına bağlanma dayanımı testinde en düşük bağlanma dayanımı % 23,1 CLG grubunda bulunmuştur. Bununla birlikte % 10 Na_2CO_3 en yüksek bağlanma dayanımını sergilemiştir.
- pH'daki değişiklikler açısından değerlendirildiğinde kontrol grubu, % 15 Na_2HPO_4, % 10 Na_2CO_3, % 10 $CaCI_2$'e benzer pH değerlerine sahip iken % 23,1 CLG daha az alkali özellik göstermiştir.
- XRD analizi incelendiğinde en düşük Bismut fazı % 23,1 CLG grubunda, en yüksek Bismut fazı ise kontrol grubunda görülmüştür.
- Elde edilen SEM görüntülerinde karakteristik "altıgen düzlem", "dikensi kristal yapı" % 15 Na_2HPO_4, % 10 Na_2CO_3 gruplarında gözlenmiştir.
- En küçük partikül yapısı yoğun olarak kontrol grubunda, en büyük partikül yapısı % 23,1 CLG grubunda gözlenmiştir.

Bu tez çalışmasında eklenen % 10 $CaCI_2$, % 15 Na_2HPO_4, % 10 Na_2CO_3 , % 23,1 CLG hızlandırıcılarının tümü MTA'nın sertleşme süresini kısaltmada etkili bulunmuştur. En hızlı sertleşme % 23,1 CLG grubunda elde edilmesine rağmen fizikokimyasal özelliklerindeki düşüş klinik kullanımını sınırlandırmaktadır. Çalışmada sürenin yanı sıra diğer parametreler göz önüne alındığında, %15 Na_2HPO_4

ve % 10 Na_2CO_3 grupları en hızlı sertleşme süresine sahip olmamakla birlikte test edilen diğer fizikokimyasal özelliklerindeki artışla ön plana çıkmaktadır. % 10 Na_2CO_3 ve % 15 Na_2HPO_4 hızlandırıcıları bu tez çalışmasında elde edilen sonuçlar çerçevesinde değerlendirildiğinde MTA'ya hızlandırıcı olarak eklenmesi tavsiye edilebilir. Ancak Na_2CO_3 hızlandırıcı olarak diş hekimliği pratiğine girebilmesi için mekanik özelliklerin yanı sıra biyouyumluluk testlerinin de yapılması ve *in vitro* sonuçların *in vivo* çalışmalarla desteklenmesi gereklidir.

6.ÖZET

T.C.
SELÇUK ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Farklı Hızlandırıcıların Mineral Trioksit Agregatın Sertleşme Süresi ve Fiziko-Kimyasal Özellikleri Üzerine Etkileri

Halenur Onat

Pedodonti Anabilim Dalı

DOKTORA TEZİ/KONYA-2013

Bu tez çalışmasında MTA likitine eklenen farklı hızlandırıcıların; materyalin sertleşme süresi, push-out bağlanma dayanımı, pH değerleri, X ışını kırınım faz analizi ve SEM analizi yapılarak MTA'nın sertleşme süresine ve fiziko-kimyasal özelliklerine olan etkisinin incelenmesi amaçlanmıştır.

MTA simanının sertleşme süresini hızlandırmak amacıyla distile suya %10 $CaCI_2$, %15 Na_2HPO_4, %10 Na_2CO_3, % 23,1 CLG kimyasalları eklendi. Oluşturulan deney gruplarının başlangıç ve final sertleşme süreleri otomatik Vicat cihazı ile ölçüldü. MTA simanın kök kanal dentinine bağlanmasını test etmek amacıyla push-out testi gerçekleştirildi. Push-out testinden sonra tüm kesitlerin kuronal ve apikal steromikroskop altında incelenerek kırılma tipleri belirlendi. pH analizi pH metre ile 37^o C sıcaklıkta 1 dk, 5dk, 10 dk, 24 saat, 1 hafta ve 2.hafta aralıklarla gerçekleştirildi. Tarama aralığı 20^o ve 70^o olarak ve 2θ aralıkta olacak şekilde X ışını kırınım analizi gerçekleştirildi. Farklı hızlandırıcılarla karıştırılan MTA simanının partükül boyut ve şekli hakkında detaylı bilgi alabilmek amacıyla SEM analizi yapıldı.

Bu tez çalışmasında eklenen % 10 $CaCI_2$, % 15 Na_2HPO_4, % 10 Na_2CO_3 , % 23,1 CLG hızlandırıcılarının tümü MTA'nın sertleşme süresini kısaltmada etkili bulunmuştur. En hızlı sertleşme % 23,1 CLG grubunda elde edilmesine rağmen fizikokimyasal özelliklerindeki düşüş klinik kullanımını sınırlandırmaktadır. Çalışmada sürenin yanı sıra diğer parametreler göz önüne alındığında, %15 Na_2HPO_4 ve % 10 Na_2CO_3 grupları en hızlı sertleşme süresine sahip olmamakla birlikte test edilen diğer fizikokimyasal özelliklerindeki artışla ön plana çıkmaktadır. % 10 Na_2CO_3 ve % 15 Na_2HPO_4 hızlandırıcıları bu tez çalışmasında elde edilen sonuçlar çerçevesinde değerlendirildiğinde MTA'ya hızlandırıcı olarak eklenmesi tavsiye edilebilir. Ancak Na_2CO_3 hızlandırıcı olarak diş hekimliği pratiğine girebilmesi için mekanik özelliklerin yanı sıra biyouyumluluk testlerinin de yapılması ve *in vitro* sonuçların *in vivo* çalışmalarla desteklenmesi gereklidir.

Anahtar Sözcükler: hızlandırıcı; MTA; otomatik Vicat cihazı; sertleşme süresi; sodyum karbonat

7.SUMMARY

Effects of Different Accelerators on the Setting Time and Physo-Chemical Properties of Mineral Trioxide Aggregate

The aim of this study was to examine the effect of various accelerators on initial and final hardening times, push-out bond strength, pH, X-ray diffraction phase analysis and SEM analysis parameters of MTA cement.

During our study, the chemicals % 10 $CaCI_2$, % 15 Na_2HPO_4, % 10 Na_2CO_3 , % 23,1 were added in distilled water. Setting time was measured using the automatic Vicat device. MTA cement bonding to the root canal dentin were performed push-out test. After the push-out test, the coronary and apical surfaces of all sections were examined under using a stereomicroscope. pH of MTA cements were evaluated with a pH meter and measurements were performed at 1, 5, 10 minute; 24 hours, and 1 and 2 weekly intervals. Set materials were characterized by Scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction analysis (XRD).

In this study, added of 10 % $CaCl_2$, 15% Na_2HPO_4, 10% Na_2CO_3, 23.1 % CLG all of the MTA accelerator has been found effective in reducing the setting time. 23.1 % CLG in the group to achieve the fast curing despite the falling in physicochemical properties clinical use is limited. Setting time as well as other parameters given, 15% Na_2HPO_4 and 10% Na_2CO_3 groups although not having the fastest setting time tests with an increase in the other physicochemical properties are to the fore. 10% Na_2CO_3 and 15% Na_2HPO_4 accelerators results obtained in this thesis is assessed on the basis of the recommendations can be added as an accelerator to MTA. However, as accelerators Na_2CO_3 order to enter the practice of dentistry as well as mechanical properties and biocompatibility tests done at the *in vitro* results need to be supported by *in vivo* studies.

Key words: accelarators; automatic Vicat; MTA; setting time; sodium carbonate

8.KAYNAKLAR

ACS. American Chemical Society.National Historic Chemical Landmark. California, 2004.

ADA. Endodontic Filling and Sealing Materials: Laboratory Testing Methods American Dental AssociationProfessional Product Review. Endodontic Sealer and filling materials. specification Volume 3: Issue 4 Fall 2008.

Ahmetoğlu F, Çolak M. Retrograd Dolgu Materyalleri. Türkiye Klinikleri J Dental Sci. 2010;16:59-66.

Aksoy U. MTA ve Bioaggregate'ın, dentin tübüllerinden kök yüzeyine kalsiyum ve hidroksil iyon difüzyonlarının in vitro olarak araştırılması.Yakın Doğu Üniversitesi Endodonti Anabilim dalı (Doktora tezi), Lefkoşa, 2012.

Al-Hezaimi K, Al-Hamdan K, Naghshbandi J, Oglesby S, Simon JH, Rotstein I. Effect of white-colored mineral trioxide aggregate in different concentrations on Candida albicans in vitro. J Endod. 2005;31:684-6.

al-Nazhan S. External root resorption after bleaching: a case report. Oral Surg Oral Med Oral Pathol. 1991;72:607-9.

Alhadainy HA. Root perforations. A review of literature. Oral Surg Oral Med Oral Pathol. 1994;78:368-74.

Andreasen JO, Farik B, Munksgaard EC. Long-term calcium hydroxide as a root canal dressing may increase risk of root fracture. Dent Traumatol. 2002;18:134-7.

Arens DE, Torabinejad M. Repair of furcal perforations with mineral trioxide aggregate: two case reports. Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod. 1996;82:84-8.

Asgary S, Parirokh M, Eghbal MJ, Brink F. A comparative study of white mineral trioxide aggregate and white Portland cements using X-ray microanalysis. Aust Endod J. 2004;30:89-92.

Asgary S, Parirokh M, Eghbal MJ, Brink F. Chemical differences between white and gray mineral trioxide aggregate. J Endod. 2005;31:101-3.

ASTM. Standard Terminology Relating to Concrete and Concrete Aggregate. Annual Book of ASTM Standards. 2002.

ASTM. Standard Test Method for Time of Setting of Hydraulic-Cement Paste by Gillmore Needles C266 2004.

ASTM. Standard Test Methods for Time of Setting of Hydraulic Cement by Vicat Needle. C191 2008.

Baek SH, Plenk H, Jr., Kim S. Periapical tissue responses and cementum regeneration with amalgam, SuperEBA, and MTA as root-end filling materials. J Endod. 2005;31:444-9.

Bala O. Kök Perforasyonları. A. Ü. Diş Hek Fak. Derg. 1997;7:103-107.

Battle RS, Cummings GL, Barker JC, Krasnovsky FM. Accessing an understudied population in behavioral HIV/AIDS research: low income African American women. J Health Soc Policy. 1995;7:1-18.

Bayrak Ş, Tunc ES, Cetiner S. Mineral Trioxide Aggregate (MTA)'nın intrakoronal ağartma uygulamalarinda bariyer materyali olarak kullanımının karşılaştırılmalı değerlendirilmesi. A.Ü. Diş Hek. Fak. Derg. 2005;32:107-114.

Behnia A, Strassler HE, Campbell R. Repairing iatrogenic root perforations. J Am Dent Assoc. 2000;131:196-201.

Behr M, Rosentritt M, Loher H, Kolbeck C, Trempler C, Stemplinger B ve ark. Changes of cement properties caused by mixing errors: the therapeutic range of different cement types. Dent Mater. 2008;24:1187-93.

Belio-Reyes IA, Bucio L, Cruz-Chavez E. Phase composition of ProRoot mineral trioxide aggregate by X-ray powder diffraction. J Endod. 2009;35:875-8.

Ber BS, Hatton JF, Stewart GP. Chemical modification of proroot mta to improve handling characteristics and decrease setting time. J Endod. 2007;33:1231-4.

Bodem O, Blumenshine S, Zeh D, Koch MJ. Direct pulp capping with mineral trioxide aggregate in a primary molar: a case report. Int J Paediatr Dent. 2004;14:376-9.

Bonesvoll P. Influence of ionic strength, calcium, sodium dodecyl sulphate and urea on the retention of chlorhexidine in the human mouth after mouth rinses. Arch Oral Biol. 1977;22:273-9.

Bortoluzzi EA, Broon NJ, Bramante CM, Consolaro A, Garcia RB, de Moraes IG ve ark. Mineral Trioxide Aggregate with or without Calcium Chloride in Pulpotomy. J Endod. 2008;34:172-5.

Bortoluzzi EA, Broon NJ, Bramante CM, Felippe WT, Tanomaru Filho M, Esberard RM. The influence of calcium chloride on the setting time, solubility, disintegration, and pH of mineral trioxide aggregate and white Portland cement with a radiopacifier. J Endod. 2009;35:550-4.

Boschian Pest L, Cavalli G, Bertani P, Gagliani M. Adhesive post-endodontic restorations with fiber posts: push-out tests and SEM observations. Dent Mater. 2002;18:596-602.

Brantley WA, Cai Z, Foreman DW, Mitchell JC, Papazoglou E, Carr AB. X-ray diffraction studies of as-cast high-palladium alloys. Dent Mater. 1995;11:154-60.

Brantley WA, Cai Z, Papazoglou E, Mitchell JC, Kerber SJ, Mann GP ve ark. X-ray diffraction studies of oxidized high-palladium alloys. Dent Mater. 1996;12:333-41.

Brighton DM, Harrington GW, Nicholls JI. Intracanal isolating barriers as they relate to bleaching. J Endod. 1994;20:228-32.

Camilleri J. Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate. Int Endod J. 2007;40:462-70.

Camilleri J. Characterization and chemical activity of Portland cement and two experimental cements with potential for use in dentistry. Int Endod J. 2008;41:791-9.

Camilleri J. Characterization of hydration products of mineral trioxide aggregate. Int Endod J. 2008;41:408-17.

Camilleri J. Hydration characteristics of calcium silicate cements with alternative radiopacifiers used as root-end filling materials. J Endod. 2010;36:502-8.

Camilleri J, Montesin FE, Brady K, Sweeney R, Curtis RV, Ford TR. The constitution of mineral trioxide aggregate. Dent Mater. 2005;21:297-303.

Camilleri J, Montesin FE, Di Silvio L, Pitt Ford TR. The chemical constitution and biocompatibility of accelerated Portland cement for endodontic use. Int Endod J. 2005;38:834-42.

Chong BS, Owadally ID, Pitt Ford TR, Wilson RF. Antibacterial activity of potential retrograde root filling materials. Endod Dent Traumatol. 1994;10:66-70.

Chueh LH, Ho YC, Kuo TC, Lai WH, Chen YH, Chiang CP. Regenerative endodontic treatment for necrotic immature permanent teeth. J Endod. 2009;35:160-4.

Collins CL, Ideker JH, Kurtis KE. Laser scanning confocal microscopy for in situ monitoring of alkali-silica reaction. J Microsc. 2004;213:149-57.

Costas FL, Wong M. Intracoronal isolating barriers: effect of location on root leakage and effectiveness of bleaching agents. J Endod. 1991;17:365-8.

Çakıroğlu MA, Serdal T. Püskürtme Betonda Yüzey Hazırlığının Önemi. SDU International Technologic Sciences. 2010;2:85-92.

Çalışkan K. Endodontide tanı ve tedaviler. 2.baskı, İstanbul, Nobel Yayınevi, 2006;170-90.

Çınar S. Mineral Trioksit Agregat ve yeni geliştirilen deney materyalinin fiziksel özelliklerinin in vitro karşılaştırılması.Gazi Üniversitesi, Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı (Doktora Tezi), Ankara 2007.

Dammaschke T, Gerth HU, Zuchner H, Schafer E. Chemical and physical surface and bulk material characterization of white ProRoot MTA and two Portland cements. Dent Mater. 2005;21:731-8.

Darvell BW, Wu RC. "MTA"-an Hydraulic Silicate Cement: review update and setting reaction. Dent Mater. 2011;27:407-22.

de Almeida J, Felippe MC, Bortoluzzi EA, Teixeira CS, Felippe WT. Influence of the exposure of MTA with and without calcium chloride to phosphate-buffered saline on the push-out bond strength to dentine. Int Endod J. 2013;12:1-5.

Della Bona A, van Noort R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. J Dent Res. 1995;74:1591-6.

Ding SJ, Kao CT, Shie MY, Hung C, Jr., Huang TH. The physical and cytological properties of white MTA mixed with Na2HPO4 as an accelerant. J Endod. 2008;34:748-51.

Dominguez MS, Witherspoon DE, Gutmann JL, Opperman LA. Histological and scanning electron microscopy assessment of various vital pulp-therapy materials. J Endod. 2003;29:324-33.

Dominguez Reyes A, Munoz Munoz L, Aznar Martin T. Study of calcium hydroxide apexification in 26 young permanent incisors. Dent Traumatol. 2005;21:141-5.

Dorn SO, Gartner AH. Retrograde filling materials: a retrospective success-failure study of amalgam, EBA, and IRM. J Endod. 1990;16:391-3.

Duke ES, Lindemuth J. Variability of clinical dentin substrates. Am J Dent. 1991;4:241-6.

Eggeman T. Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology. John Wiley & Sons, Inc.,New York, 2011;p1-11.

El-Ma'aita AM, Qualtrough AJ, Watts DC. The effect of smear layer on the push-out bond strength of root canal calcium silicate cements. Dent Mater. 2013;29:797-803.

Erdoğan S, Erdoğan T. Kimyasal Katkı Maddeleri ve Tarihi Geçmişleri. 2.Yapılarda Kimyasal Katkılar Sempozyumu. 2007;21-33.

Faraco IM, Jr., Holland R. Response of the pulp of dogs to capping with mineral trioxide aggregate or a calcium hydroxide cement. Dent Traumatol. 2001;17:163-6.

Fernandez-Yanez Sanchez A, Leco-Berrocal MI, Martinez-Gonzalez JM. Metaanalysis of filler materials in periapical surgery. Med Oral Patol Oral Cir Bucal. 2008;13:E180-5.

Ferris DM, Baumgartner JC. Perforation repair comparing two types of mineral trioxide aggregate. J Endod. 2004;30:422-4.

Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A. Technique sensitivity of dentin bonding: effect of application mistakes on bond strength and marginal adaptation. Oper Dent. 2000;25:324-30.

Fridland M, Rosado R. Mineral trioxide aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-powder ratios. J Endod. 2003;29:814-7.

Friedman S. Retrograde approaches in endodontic therapy. Endod Dent Traumatol. 1991;7:97-107.

Friedman S. Internal bleaching: long-term outcomes and complications. J Am Dent Assoc. 1997;128 Suppl:51S-55S.

Gallo JR, 3rd, Miller T, Xu X, Burgess JO. In vitro evaluation of the retention of composite fiber and stainless steel posts. J Prosthodont. 2002;11:25-9.

Gancedo-Caravia L, Garcia-Barbero E. Influence of humidity and setting time on the push-out strength of mineral trioxide aggregate obturations. J Endod. 2006;32:894-6.

Gandolfi MG, Van Landuyt K, Taddei P, Modena E, Van Meerbeek B, Prati C. Environmental scanning electron microscopy connected with energy dispersive x-ray analysis and Raman techniques to study ProRoot mineral trioxide aggregate and calcium silicate cements in wet conditions and in real time. J Endod. 2010;36:851-7.

Gartner AH, Dorn SO. Advances in endodontic surgery. Dent Clin North Am. 1992;36:357-78.

Geirsson J, Thompson JY, Bayne SC. Porosity evaluation and pore size distribution of a novel directly placed ceramic restorative material. Dent Mater. 2004;20:987-95.

Gettleman BH, Aguirre R. Endodontic cleaning and shaping: current concepts. Endod Rep. 1993;8:19-24.

Gimlin DR, Schindler WG. The management of postbleaching cervical resorption. J Endod. 1990;16:292-7.

Goracci C, Tavares AU, Fabianelli A, Monticelli F, Raffaelli O, Cardoso PC ve ark. The adhesion between fiber posts and root canal walls: comparison between microtensile and push-out bond strength measurements. Eur J Oral Sci. 2004;112:353-61.

Graumann SJ, Sensat ML, Stoltenberg JL. Air polishing: a review of current literature. J Dent Hyg. 2013;87:173-80.

Grazziotin-Soares R, Nekoofar MH, Davies TE, Bafail A, Alhaddar E, Hubler R. Effect of bismuth oxide on white mineral trioxide aggregate: chemical characterization and physical properties. Int Endod J. doino:10.1111,2013;1-14.

Grech L, Mallia B, Camilleri J. Investigation of the physical properties of tricalcium silicate cement-based root-end filling materials. Dent Mater. 2013;29:e20-8.

Guneser M, Akbulut MB, AU. E. Effect of various endodontic irrigants on the push-out bond strength of biodentine and conventional root perforation repair materials. J Endod. 2013;39:380-4.

Hawley M, Webb TD, Goodell GG. Effect of varying water-to-powder ratios on the setting expansion of white and gray mineral trioxide aggregate. J Endod. 2010;36:1377-9.

Holland R, de Souza V, Murata SS, Nery MJ, Bernabe PF, Otoboni Filho JA ve ark. Healing process of dog dental pulp after pulpotomy and pulp covering with mineral trioxide aggregate or Portland cement. Braz Dent J. 2001;12:109-13.

Hong ST, Bae KS, Baek SH, Kum KY, Lee W. Microleakage of accelerated mineral trioxide aggregate and Portland cement in an in vitro apexification model. J Endod. 2008;34:56-8.

Hsieh SC, Teng NC, Lin YC, Lee PY, Ji DY, Chen CC ve ark. A novel accelerator for improving the handling properties of dental filling materials. J Endod. 2009;35:1292-5.

Huan Z, Chang J. Study on physicochemical properties and in vitro bioactivity of tricalcium silicate-calcium carbonate composite bone cement. J Mater Sci Mater Med. 2008;19:2913-8.

Huan Z, Chang J, Huang XH. Self-setting properties and in vitro bioactivity of Ca2SiO4/CaSO4.1/2H2O composite bone cement. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2008;87:387-94.

Huang TH, Shie MY, Kao CT, Ding SJ. The effect of setting accelerator on properties of mineral trioxide aggregate. J Endod. 2008;34:590-3.

Iijima M, Brantley WA, Guo WH, Clark WA, Yuasa T, Mizoguchi I. X-ray diffraction study of low-temperature phase transformations in nickel-titanium orthodontic wires. Dent Mater. 2008;24:1454-60.

Islam I, Chng HK, Yap AU. Comparison of the physical and mechanical properties of MTA and portland cement. J Endod. 2006a;32:193-7.

Islam I, Chng HK, Yap AU. X-ray diffraction analysis of mineral trioxide aggregate and Portland cement. Int Endod J. 2006b;39:220-5.

Ji DY, Wu HD, Hsieh SC, Teng NC, Chen CC, Ke ES ve ark. Effects of a novel hydration accelerant on the biological and mechanical properties of white mineral trioxide aggregate. J Endod. 2011;37:851-5.

Justnes H, Nygaard EC. Technical Calcium Nitrate as Set Accelerator for Cement at Low-Temperatures. Cement and Concrete Research. 1995;25:1766-1774.

Kao CT, Shie MY, Huang TH, Ding SJ. Properties of an accelerated mineral trioxide aggregate-like root-end filling material. J Endod. 2009;35:239-42.

Karayılmaz H, Kırzıoğlu Z. Mineral Trioksit Agregat ve Pedodontideki Önemi. Süleyman Demirel Üniversitesi Diş Hek Fak Derg. 2011;3:30-46.

Kayahan MB, Nekoofar MH, Kazandag M, Canpolat C, Malkondu O, Kaptan F ve ark. Effect of acid-etching procedure on selected physical properties of mineral trioxide aggregate. Int Endod J. 2009;42:1004-14.

Kim S, Kratchman S. Modern endodontic surgery concepts and practice: a review. J Endod. 2006;32:601-23.

Kleverlaan CJ, van Duinen RN, Feilzer AJ. Mechanical properties of glass ionomer cements affected by curing methods. Dent Mater. 2004;20:45-50.

Kogan P, He J, Glickman GN, Watanabe I. The effects of various additives on setting properties of MTA. J Endod. 2006;32:569-72.

Koh ET, McDonald F, Pitt Ford TR,Torabinejad M. Cellular response to Mineral Trioxide Aggregate. J Endod. 1998;24:543-7.

Komabayashi T, Spangberg LS. Comparative analysis of the particle size and shape of commercially available mineral trioxide aggregates and Portland cement: a study with a flow particle image analyzer. J Endod. 2008;34:94-8.

Kosmatka SH, Kerkhoff B, Panarese WC. Design and control of concrete mixtures.Portland cement associaton EB001, 14th edition, Portland Cement Association, Skokie, Illinois, USA, 2002a;26-53.

Kosmatka SH, Kerkhoff B, Panarese WC. Design and control of concrete mixtures.Portland cement associaton EB001, 14th edition, Portland Cement Association, Skokie, Illinois, USA, 2002b;73-78.

Kosmatka SH, Voigt G, Taylor P. Integrated Materials and Construction Practices for Concrete Pavement: A State-of-the-Practice Manual. 2006;69-104.

Kuratate M, Yoshiba K, Shigetani Y, Yoshiba N, Ohshima H, Okiji T. Immunohistochemical analysis of nestin, osteopontin, and proliferating cells in the reparative process of exposed dental pulp capped with mineral trioxide aggregate. J Endod. 2008;34:970-4.

Lea F, Hewlett P. Chemistry of cement and concrete. 4th ed., Ed: Hewlett P, Arnold, London, 1998 Ch. 2, p. 36..

Lee BN, Hwang YC, Jang JH, Chang HS, Hwang IN, Yang SY ve ark. Improvement of the properties of mineral trioxide aggregate by mixing with hydration accelerators. J Endod. 2011;37:1433-6.

Lee ES. A new mineral trioxide aggregate root-end filling technique. J Endod. 2000;26:764-5.

Lee SJ, Monsef M, Torabinejad M. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate for repair of lateral root perforations. J Endod. 1993;19:541-4.

Lee YL, Lee BS, Lin FH, Yun Lin A, Lan WH, Lin CP. Effects of physiological environments on the hydration behavior of mineral trioxide aggregate. Biomaterials. 2004;25:787-93.

Loxley EC, Liewehr FR, Buxton TB, McPherson JC, 3rd. The effect of various intracanal oxidizing agents on the push-out strength of various perforation repair materials. Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod. 2003;95:490-4.

Lussi A, Brunner M, Portmann P, Buergin W. Condensation pressure during amalgam placement in patients. Eur J Oral Sci. 1995;103:388-93.

Maroto M, Barberia E, Vera V, Garcia-Godoy F. Mineral trioxide aggregate as pulp dressing agent in pulpotomy treatment of primary molars: 42-month clinical study. Am J Dent. 2007;20:283-6.

Massi S, Tanomaru-Filho M, Silva GF, Duarte MA, Grizzo LT, Buzalaf MA ve ark. pH, calcium ion release, and setting time of an experimental mineral trioxide aggregate-based root canal sealer. J Endod. 2011;37:844-6.

Matschei T, Lothenbach B, Glasser FP. The Role of Calcium Carbonate in Cement Hydration. Cem. Concr. Res. 2007;37:551–558.

Matsunaga T, Tsujimoto M, Kawashima T, Tsujimoto Y, Fujiwara M, Ookubo A ve ark. Analysis of arsenic in gray and white mineral trioxide aggregates by using atomic absorption spectrometry. J Endod. 2010;36:1988-90.

Mohammadi Z, Dummer PM. Properties and applications of calcium hydroxide in endodontics and dental traumatology. Int Endod J. 2011;44:697-730.

Monteiro Bramante C, Demarchi AC, de Moraes IG, Bernadineli N, Garcia RB, Spangberg LS ve ark. Presence of arsenic in different types of MTA and white and gray Portland cement. Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod. 2008;106:909-13.

Morse DR, O'Larnic J, Yesilsoy C. Apexification: review of the literature. Quintessence Int. 1990;21:589-98.

Nakata TT, Bae KS, Baumgartner JC. Perforation repair comparing mineral trioxide aggregate and amalgam using an anaerobic bacterial leakage model. J Endod. 1998;24:184-6.

Namazikhah MS, Nekoofar MH, Sheykhrezae MS, Salariyeh S, Hayes SJ, Bryant ST ve ark. The effect of pH on surface hardness and microstructure of mineral trioxide aggregate. Int Endod J. 2008;41:108-16.

Nekoofar MH, Haddad DC, Nolde J, Aseeley Z. Water content of ampoule packaged with ProRoot MTA. Int Endod J. 2009;42:549-51; author reply 552-3.

Nerwich A, Figdor D, Messer HH. pH changes in root dentin over a 4-week period following root canal dressing with calcium hydroxide. J Endod. 1993;19:302-6.

NK S, Saunders B, Moiseyeva R, D. B. Interactions of mineral trioxide aggregate (MTA) with a synthetic tissue fluid. Journal of Dental Research. 2002;81:A-391.

Ohno H, Kanzawa Y, Takanohashi S. State analysis of iron oxides formed on gold alloys for porcelain-metal bonding by an X-ray microanalyzer. Dent Mater J. 1983;2:179-91.

Oksan T, Aktener BO, Sen BH, Tezel H. The penetration of root canal sealers into dentinal tubules. A scanning electron microscopic study. Int Endod J. 1993;26:301-5.

Oloomi K, Saberi E, Mokhtari H, Mokhtari Zonouzi HR, Nosrat A, Nekoofar MH ve ark. Evaluation of the effect of blood contamination on the compressive strength of MTA modified with hydration accelerators. Restor Dent Endod. 2013;38:128-33.

Özer C.Portland çimentosunun zamana bağlı Zeta potansiyel değişimi ve prizlenme davranışı arasındaki ilişkinin irdelenmesi. Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı (Yüksek lisans tezi) Afyon, 2006.

Parirokh M, Asgary S, Eghbal MJ, Kakoei S, Samiee M. A comparative study of using a combination of calcium chloride and mineral trioxide aggregate as the pulp-capping agent on dogs' teeth. J Endod. 2011;37:786-8.

Parirokh M, Asgary S, Eghbal MJ, Stowe S, Eslami B, Eskandarizade A ve ark. A comparative study of white and grey mineral trioxide aggregate as pulp capping agents in dog's teeth. Dent Traumatol. 2005;21:150-4.

Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part I: chemical, physical, and antibacterial properties. J Endod. 2010;36:16-27.

Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part III: Clinical applications, drawbacks, and mechanism of action. J Endod. 2010;36:400-13.

Patierno JM, Rueggeberg FA, Anderson RW, Weller RN, Pashley DH. Push-out strength and SEM evaluation of resin composite bonded to internal cervical dentin. Endod Dent Traumatol. 1996;12:227-36.

Peng L, Ye L, Tan H, Zhou X. Evaluation of the formocresol versus mineral trioxide aggregate primary molar pulpotomy: a meta-analysis. Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod. 2006;102:e40-4.

Perez AL, Spears R, Gutmann JL, Opperman LA. Osteoblasts and MG-63 osteosarcoma cells behave differently when in contact with ProRoot MTA and White MTA. Int Endod J. 2003;36:564-70.

Pitt Ford TR, Andreasen JO, Dorn SO, Kariyawasam SP. Effect of super-EBA as a root end filling on healing after replantation. J Endod. 1995;21:13-5.

Ramachandran VS. Properties, science and technology. 2nd edition.Noyes Publication ,Mill Road, New Jersey, United States 1995;3-60.

Rao A, Shenoy R. Mineral trioxide aggregate--a review. J Clin Pediatr Dent. 2009;34:1-7.

Regan JD, Gutmann JL, Witherspoon DE. Comparison of Diaket and MTA when used as root-end filling materials to support regeneration of the periradicular tissues. Int Endod J. 2002;35:840-7.

Reyes-Carmona JF, Felippe MS, Felippe WT. The biomineralization ability of mineral trioxide aggregate and Portland cement on dentin enhances the push-out strength. J Endod. 2010a;36:286-91.

Reyes-Carmona JF, Felippe MS, Felippe WT. A phosphate-buffered saline intracanal dressing improves the biomineralization ability of mineral trioxide aggregate apical plugs. J Endod. 2010b;36:1648-52.

Roberson TM, Heymann HO, Swift EJ. Sturdevant's art & science of operative dentistry. 5 th edition St. Louis, Mosby Co. Inc. 2002;17-64.

Roberts HW, Toth JM, Berzins DW, Charlton DG. Mineral trioxide aggregate material use in endodontic treatment: a review of the literature. Dent Mater. 2008;24:149-64.

Rotstein I, Mor C, Friedman S. Prognosis of intracoronal bleaching with sodium perborate preparation in vitro: 1-year study. J Endod. 1993;19:10-2.

Roydhouse RH. Punch-shear test for dental purposes. J Dent Res. 1970;49:131-6.

Rubinstein RA, Kim S. Long-term follow-up of cases considered healed one year after apical microsurgery. J Endod. 2002;28:378-83.

Saghiri MA, Garcia-Godoy F, Gutmann JL, Lotfi M, Asatorian A, Ahmadi H. Push-out bond strength of a nano-modified mineral trioxide aggregate. Dent Traumatol. 2012;29(4):323-7

Saghiri MA, Shokouhinejad N, Lotfi M, Aminsobhani M, Saghiri AM. Push-out bond strength of mineral trioxide aggregate in the presence of alkaline pH. J Endod. 2010;36:1856-9.

Salako N, Joseph B, Ritwik P, Salonen J, John P, Junaid TA. Comparison of bioactive glass, mineral trioxide aggregate, ferric sulfate, and formocresol as pulpotomy agents in rat molar. Dent Traumatol. 2003;19:314-20.

Saleh IM, Ruyter IE, Haapasalo M, Orstavik D. Bacterial penetration along different root canal filling materials in the presence or absence of smear layer. Int Endod J. 2008;41:32-40.

Salem Milani A, Rahimi S, Froughreyhani M, Vahid Pakdel M. Effect of Blood Contamination on Marginal Adaptation and Surface Microstructure of Mineral Trioxide Aggregate: A SEM Study. J Dent Res Dent Clin Dent Prospects. 2013;7:157-63.

Sarris S, Tahmassebi JF, Duggal MS, Cross IA. A clinical evaluation of mineral trioxide aggregate for root-end closure of non-vital immature permanent incisors in children-a pilot study. Dent Traumatol. 2008;24:79-85.

Saunders WP. A prospective clinical study of periradicular surgery using mineral trioxide aggregate as a root-end filling. J Endod. 2008;34:660-5.

Schwartz RS, Mauger M, Clement DJ, Walker WA, 3rd. Mineral trioxide aggregate: a new material for endodontics. J Am Dent Assoc. 1999;130:967-75.

Shabahang S, Torabinejad M, Boyne PP, Abedi H, McMillan P. A comparative study of root-end induction using osteogenic protein-1, calcium hydroxide, and mineral trioxide aggregate in dogs. J Endod. 1999;25:1-5.

Shahi S, Rahimi S, Yavari HR, Samiei M, Janani M, Bahari M ve ark. Effects of various mixing techniques on push-out bond strengths of white mineral trioxide aggregate. J Endod. 2012;38:501-4.

Shahravan A, Jalali SP, Torabi M, Haghdoost AA, Gorjestani H. A histological study of pulp reaction to various water/powder ratios of white mineral trioxide aggregate as pulp-capping material in human teeth: a double-blinded, randomized controlled trial. Int Endod J. 2011;44:1029-33.

Sheehy EC, Roberts GJ. Use of calcium hydroxide for apical barrier formation and healing in non-vital immature permanent teeth: a review. Br Dent J. 1997;183:241-6.

Shie MY, Huang TH, Kao CT, Huang CH, Ding SJ. The effect of a physiologic solution pH on properties of white mineral trioxide aggregate. J Endod. 2009;35:98-101.

Shokouhinejad N, Nekoofar MH, Iravani A, Kharrazifard MJ, Dummer PM. Effect of acidic environment on the push-out bond strength of mineral trioxide aggregate. J Endod. 2010;36:871-4.

Simon S, Rilliard F, Berdal A, Machtou P. The use of mineral trioxide aggregate in one-visit apexification treatment: a prospective study. Int Endod J. 2007;40:186-97.

Sluyk SR, Moon PC, Hartwell GR. Evaluation of setting properties and retention characteristics of mineral trioxide aggregate when used as a furcation perforation repair material. J Endod. 1998;24:768-71.

Smith JJ, Cunningham CJ, Montgomery S. Cervical canal leakage after internal bleaching. J Endod. 1992;18:476-81.

Sonmez D, Sari S, Cetinbas T. A Comparison of four pulpotomy techniques in primary molars: a long-term follow-up. J Endod. 2008;34:950-5.

Soroka I. Portland cement paste and concrete. 1th edition, Macmillan Publisher ,London.1979;100-130.

Sousa-Neto MD, Silva Coelho FI, Marchesan MA, Alfredo E, Silva-Sousa YT. Ex vivo study of the adhesion of an epoxy-based sealer to human dentine submitted to irradiation with Er : YAG and Nd : YAG lasers. Int Endod J. 2005;38:866-70.

Stabholz A, Friedman S, Abed J. Marginal adaptation of retrograde fillings and its correlation with sealability. J Endod. 1985;11:218-23.

Storm B, Eichmiller FC, Tordik PA, Goodell GG. Setting expansion of gray and white mineral trioxide aggregate and Portland cement. J Endod. 2008;34:80-2.

Stowe TJ, Sedgley CM, Stowe B, Fenno JC. The effects of chlorhexidine gluconate (0.12%) on the antimicrobial properties of tooth-colored ProRoot mineral trioxide aggregate. J Endod. 2004;30:429-31.

Sungur D. Polimer ve cam iyonomer kaplı kök kanal dolgu maddelerinin apikal sızdırmazlık, bağlanma dayanımı ve dentin tübül penetrasyonu yönünden değerlendirilmesi Hacettepe Üniversitesi, Endodonti Anabilim Dalı (Doktora Tezi), Ankara 2011.

Swift EJ, Jr., Perdigao J, Heymann HO. Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995. Quintessence Int. 1995;26:95-110.

Tawil PZ, Trope M, Curran AE, Caplan DJ, Kirakozova A, Duggan DJ ve ark. Periapical microsurgery: an in vivo evaluation of endodontic root-end filling materials. J Endod. 2009;35:357-62.

Torabinejad M, Chivian N. Clinical applications of mineral trioxide aggregate. J Endod. 1999;25:197-205.

Torabinejad M, Higa RK, McKendry DJ, Pitt Ford TR. Dye leakage of four root end filling materials: effects of blood contamination. J Endod. 1994;20:159-63.

Torabinejad M, Hong CU, Lee SJ, Monsef M, Pitt Ford TR. Investigation of mineral trioxide aggregate for root-end filling in dogs. J Endod. 1995;21:603-8.

Torabinejad M, Hong CU, McDonald F, Pitt Ford TR. Physical and chemical properties of a new root-end filling material. J Endod. 1995;21:349-53.

Torabinejad M, Pitt Ford TR. Root end filling materials: a review. Endod Dent Traumatol. 1996;12:161-78.

Torabinejad M, Pitt Ford TR, McKendry DJ, Abedi HR, Miller DA, Kariyawasam SP. Histologic assessment of mineral trioxide aggregate as a root-end filling in monkeys. J Endod. 1997;23:225-8.

Torabinejad M, Smith PW, Kettering JD, Pitt Ford TR. Comparative investigation of marginal adaptation of mineral trioxide aggregate and other commonly used root-end filling materials. J Endod. 1995;21:295-9.

Torabinejad M, Watson TF, Pitt Ford TR. Sealing ability of a mineral trioxide aggregate when used as a root end filling material. J Endod. 1993;19:591-5.

Tronstad L, Andreasen JO, Hasselgren G, Kristerson L, Riis I. pH changes in dental tissues after root canal filling with calcium hydroxide. J Endod. 1981;7:17-21.

Tronstad L, Trope M, Doering A, Hasselgren G. Sealing ability of dental amalgams as retrograde fillings in endodontic therapy. J Endod. 1983;9:551-3.

Trope M, Delano EO, Orstavik D. Endodontic treatment of teeth with apical periodontitis: single vs. multivisit treatment. J Endod. 1999;25:345-50.

Tunç Ş, Çetiner S. Mineral Trioksit Aggregate:Literatür Derlemesi. Atatürk Üniv. Diş Hek. Fak. Derg. 2006;16:46-53.

Ungor M, Onay EO, 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;39:643-7.

Vanderweele RA, Schwartz SA, Beeson TJ. Effect of blood contamination on retention characteristics of MTA when mixed with different liquids. J Endod. 2006;32:421-4.

Vicatronic. http://www.impact-test.co.uk/docs/CE350_HB.pdf. 2011.

Walker MP, Diliberto A, Lee C. Effect of setting conditions on mineral trioxide aggregate flexural strength. J Endod. 2006;32:334-6.

Wiltbank KB, Schwartz SA, Schindler WG. Effect of selected accelerants on the physical properties of mineral trioxide aggregate and Portland cement. J Endod. 2007;33:1235-8.

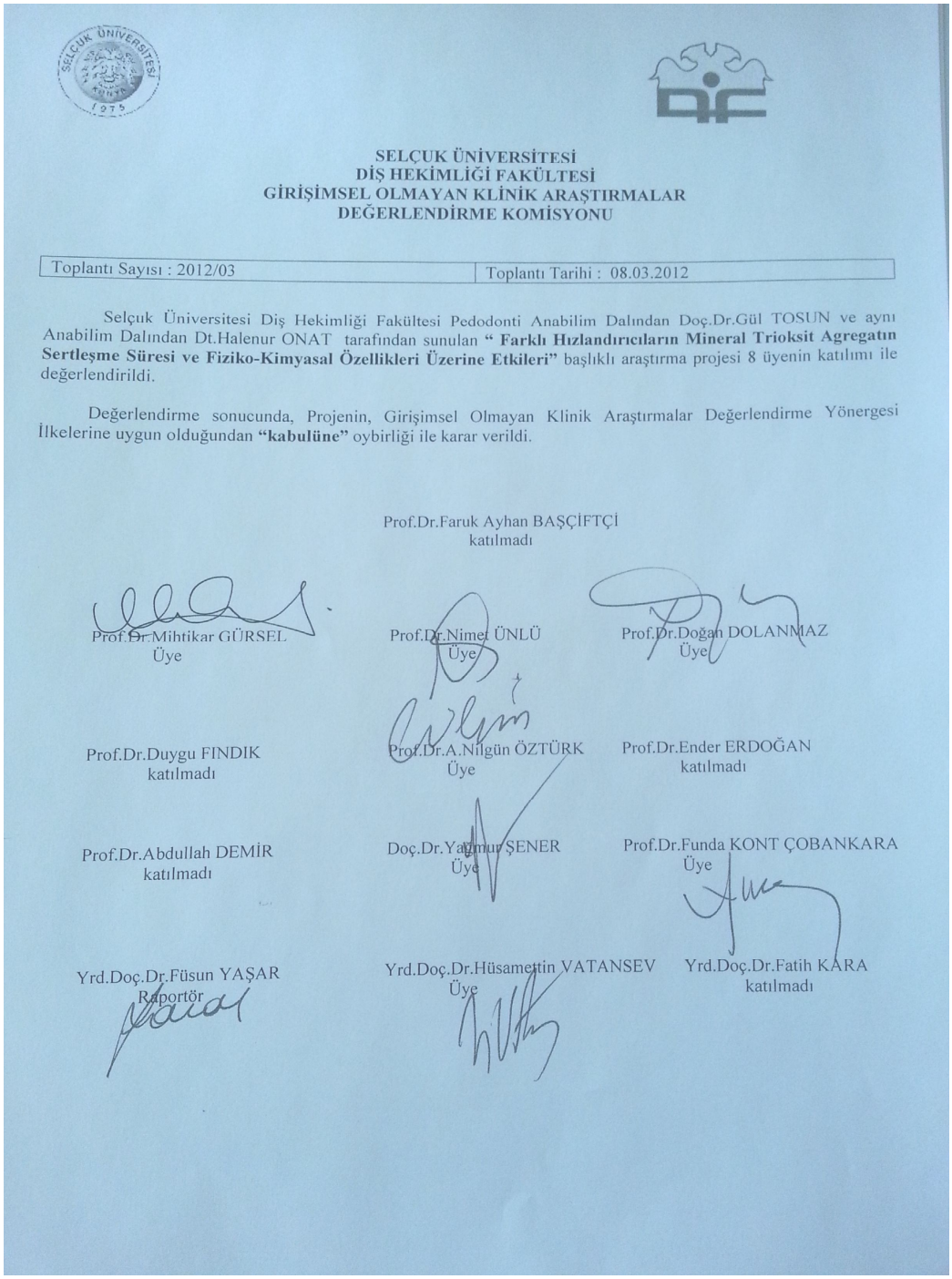
Yasuda Y, Kamaguchi A, Saito T. In vitro evaluation of the antimicrobial activity of a new resin-based endodontic sealer against endodontic pathogens. J Oral Sci. 2008;50:309-13.

Yıldırım S, Bulmuş T. X ışını toz kırınım yöntemi ile bir seri çimento örneğinin nitel analizi. Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi. 2009;25:183-196.

Yıldız E. Süt dişlerinde formokrezol, kalsiyum hidroksit, mineral trioksit agregat (MTA) ve ferrik sülfat amputasyonlarının klinik ve radyografik değerlendirilmesi. Selçuk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi, Pedodonti (Doktora tezi), Konya 2009.

9. EKLER

Ek A: Etik kurul kararının örneği



SELÇUK ÜNİVERSİTESİ
DİŞ HEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ
GİRİŞİMSEL OLMAYAN KLİNİK ARAŞTIRMALAR
DEĞERLENDİRME KOMİSYONU

Toplantı Sayısı : 2012/03	Toplantı Tarihi : 08.03.2012

Selçuk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Pedodonti Anabilim Dalından Doç.Dr.Gül TOSUN ve aynı Anabilim Dalından Dt.Halenur ONAT tarafından sunulan **" Farklı Hızlandırıcıların Mineral Trioksit Agregatın Sertleşme Süresi ve Fiziko-Kimyasal Özellikleri Üzerine Etkileri"** başlıklı araştırma projesi 8 üyenin katılımı ile değerlendirildi.

Değerlendirme sonucunda, Projenin, Girişimsel Olmayan Klinik Araştırmalar Değerlendirme Yönergesi İlkelerine uygun olduğundan **"kabulüne"** oybirliği ile karar verildi.

Prof.Dr.Faruk Ayhan BAŞÇİFTÇİ
katılmadı

Prof.Dr.Mihtikar GÜRSEL
Üye

Prof.Dr.Nimet ÜNLÜ
Üye

Prof.Dr.Doğan DOLANMAZ
Üye

Prof.Dr.Duygu FINDIK
katılmadı

Prof.Dr.A.Nilgün ÖZTÜRK
Üye

Prof.Dr.Ender ERDOĞAN
katılmadı

Prof.Dr.Abdullah DEMİR
katılmadı

Doç.Dr.Yağmur ŞENER
Üye

Prof.Dr.Funda KONT ÇOBANKARA
Üye

Yrd.Doç.Dr.Füsun YAŞAR
Raportör

Yrd.Doç.Dr.Hüsamettin VATANSEV
Üye

Yrd.Doç.Dr.Fatih KARA
katılmadı

10.ÖZGEÇMİŞ

1984 yılında Isparta'da doğdu. İlkokulu Elazığ İsmet Paşa İlköretim okulunda okudu. Orta Öğretiminin hazırlık ve birinci sınıfını Ankara Fethiye Kemal Mumcu Anadolu Lisesinde okudu. Geri kalan orta ve lise öğrenimini Isparta Milli Piyango Anadolu Lisesinde okudu. 19 Mayıs Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesinden 2009 yılında mezun oldu. Aynı yıl Selçuk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Pedodonti Anabilim Dalında doktora eğitimine başladı. Halen eğitimine devam etmektedir. Yabancı dili ingilizcedir.