T.C.
SELÇUK ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

REZİN ESASLI DENTAL MATERYALLERE NANOPARTİKÜL İLAVESİNİN ANTİBAKTERİYEL ETKİNLİĞE VE MEKANİK ÖZELLİKLERE ETKİSİNİN *İN-VİTRO* OLARAK ARAŞTIRILMASI

Dt. Zeynep YEGİN

DOKTORA TEZİ

PEDODONTİ ANABİLİM DALI

Danışman

Doç. Dr. Gül TOSUN

KONYA-2013

T.C.
SELÇUK ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

REZİN ESASLI DENTAL MATERYALLERE NANOPARTİKÜL İLAVESİNİN ANTİBAKTERİYEL ETKİNLİĞE VE MEKANİK ÖZELLİKLERE ETKİSİNİN *İN-VİTRO* OLARAK ARAŞTIRILMASI

Dt. Zeynep YEGİN

DOKTORA TEZİ

PEDODONTİ ANABİLİM DALI

Danışman

Doç. Dr. Gül TOSUN

Bu çalışma Selçuk Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından **11102013** 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. Sibel YILDIRIM'a ve Yrd. Doç. Dr. Murat Selim BOTSALI'ya, ayrıca Necmettin Erbakan Üniversitesi Dekanı Prof. Dr. Yağmur ŞENER'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,

Doktora tezimin mikrobiyoloji bölümü çalışmalarını gerçekleştirmemde bana yardımcı olan Selçuk Üniversitesi Veteriner Fakültesi Mikrobiyoloji Bölümü öğretim üyesi Doç. Dr. Hasan Hüseyin HADİMLİ'ye,

Test sonuçlarının istatistik olarak değerlendirmesindeki büyük katkıları olan Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı Başkanı Prof. Dr. Bora ÖZTÜRK'e,

Beraber çalışmaktan ve tanımaktan mutluluk duyduğum mezun olan ve olmamış asistan arkadaşlarıma ve Pedodonti bölümü personeline,

Bana huzurlu bir çalışma ortamı sağlayan ve fedakârlıklarını hiçbir zaman esirgemeyen sevgili annem, babam ve kardeşlerime,

Son olarak sevgili eşime,

Sonsuz teşekkürlerimi sunuyorum.

İÇİNDEKİLER

SİMGELER VE KISALTMALAR..... vi

1. GİRİŞ..... 1

1.1. Dental Kompozit Rezinler..... 3

1.1.1. Dental Kompozitlerin Bileşimi..... 4

Organik Polimer Matriks..... 4

İnorganik Doldurucular..... 5

Doldurucu partikül şekli..... 6

Doldurucu partikül boyutu..... 6

Doldurucu partikül - hacim oranı..... 6

Doldurucu partikül kompozisyonu..... 7

Bağlayıcı ajan (Ara faz)..... 8

Yardımcı Bileşenler..... 8

1.1.2. Dental Kompozitlerin Sınıflandırılması..... 10

Kompozitlerin İnorganik Doldurucu Partikül Boyutlarına Göre Sınıflandırılması..... 11

Megafil kompozitler..... 11

Makrofil kompozitler..... 11

Midifil kompozitler..... 12

Minifil kompozitler..... 12

Mikrofil kompozitler..... 12

Hibrit kompozitler..... 13

Nanofil kompozitler..... 13

Kompozitlerin Polimerizasyon Yöntemlerine Göre Sınıflandırılması..... 15

Kimyasal Yolla Polimerize Olan Kompozitler..... 15

Işıkla Polimerize Olan Kompozitler..... 15

Hem Kimyasal Yolla Hem Işık İle Polimerize Olan Kompozitler. 16
Kompozitlerin Visközitelerine Göre Sınıflandırılması 16
Kondense (Yoğunluğu Artırılmış) Olabilen Kompozitler..... 17
Akışkan Kompozitler 17
1.3. Diş Çürüğü ve Sekonder Çürük 19
1.4. Nanoteknoloji ve Diş Hekimliği 22
1.4.1. TiO_2 Nanopartiküllerinin Genel Özellikleri 23
1.4.2. TiO_2 Nanopartiküllerinin Etki Mekanizmaları 24
1.2. Dental Kompozitlerin Mekanik Özelliklerinin Belirlenmesi 25
1.2.1. Yüzey Sertliği Testi 25
1.2.2. Yüzey Pürüzlülüğü Testi 26
1.2.3. Esneme Dayanımı Testi 27
Elastisite Modülü (Young Modülü) 28
1.2.4. Su Emilimi ve Suda Çözünürlük Testi 28
1.2.5. Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Testi 29
1.2.6. Direkt Kontakt Testi (DKT) 30
1.2.7. SEM İle Yüzey İncelemesi 30
2. GEREÇ VE YÖNTEM 31
2.1. Deneysel Kompozit Rezinin Hazırlanmasında Kullanılan Kimyasal Maddeler 32
2.1.1. Organik matriks fazını oluşturan kimyasal maddeler..... 33
Bis-GMA 33
TEGDMA 34
2-(dimetilamino) Etil Metakrilat (DMEMA) 35
2.1.2. İnorganik fazı oluşturan kimyasal maddeler 36
İnorganik doldurucu partikül 36
Kamforokinon (CQ) 37

Bütilat Hidroksitoluen (BHT) 38
Titanyum Dioksit (TiO_2) 39
2.2. Deneysel Kompozit Rezinin Hazırlanması 40
2.2.1. Kompozit rezinin hazırlanması 41
2.2.2. Sol-jel yöntemi ile TiO_2 ilavesi 44
2.3. Deneysel Kompozit Rezinin Antibakteriyel Özelliğinin Değerlendirilmesi 47
2.3.1. Direkt Kontakt Testi (DKT) 47
2.4. Deneysel Kompozit Rezinin Mekanik Özelliklerin Belirlenmesi 49
2.4.1. Yüzey Sertliği 49
2.4.2. Yüzey Pürüzlülüğü 50
2.4.3. Esneme Dayanımı Testi ve Elastisite Modülünün Belirlenmesi 51
2.4.4. Su Emilimi ve Suda Çözünürlük Testi 53
2.4.5. Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Testi ve Kırılma Analizleri 53
2.5. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle Yüzey İncelenmesi 56
2.6. İstatistiksel Değerlendirme 57
2.6.1. Direkt kontak testi için istatistiksel değerlendirme 57
2.6.2. Mekanik testlerin istatistiksel değerlendirilmesi 57
3. BULGULAR 58
3.1. Antibakteriyel özelliğin direkt kontak testi (DKT) ile değerlendirilmesine ait bulgular 59
3.1.1. *S. mutans* ile yapılan DKT'ne ait bulgular 59
3.1.2. *L. casei* ile yapılan DKT'ne ait bulgular 66
3.2. Mekanik özelliklerin değerlendirilmesine ait bulgular 72
3.2.1. Yüzey sertliği testine ait bulgular 72
3.2.2. Yüzey pürüzlülüğü testine ait bulgular 74
3.2.3. Esneme dayanımı testine ait bulgular 76
3.2.4. Su emilimi testine ait bulgular 78

3.2.5. Suda çözünürlük testine ait bulgular 80
3.2.6. Mikrogerilme bağlanma dayanımı testine ait bulgular 82
3.3. SEM ile yüzey değişikliklerinin incelenmesi 84
4. TARTIŞMA 87
5. SONUÇ ve ÖNERİLER 107
6. ÖZET 109
7. SUMMARY 111
8. KAYNAKLAR 112
9. EKLER 126
10. ÖZGEÇMİŞ 127

SİMGELER VE KISALTMALAR

%	Yüzde
^{o}C	Santigrat derece (ısı birimi)
sn	Saniye (zaman birimi)
dk	Dakika (zaman birimi)
Bis-GMA	Bisfenol glisidil metakrilat
TEGDMA	Trietilen glikol dimetakrilat
Bis-DMA	Bisfenol A dimetakrilat
MMA	Metil metakrilat
EDMA	Etilen glikol dimetakrilat
MPTS	γ-metakriloksipropiltrimetoksisilan
CQ	Kamforokinon
DMAEMA	Dimetil aminometakrilat
BHT	Bütilat hidroksitoluen
DMPT	N-dimetil-p-toluidin
DHEPT	Dihidroksietil-p-toluidin
MDPB	Methacryloyloxydodecylpyridinium bromide
Ti	Titanyum
TiO_2	Titanyum dioksit
Ti (İP)$_4$	Titanium (IV) isopropoxide
Al_2O_3	Aluminyum oksit
HNO_3	Nitrik asit
BHI	Brain Hearth İnfuzyon
mm	Milimetre (=10^{-3} m, uzunluk birimi)
µm	Mikrometre (=10^{-6} m, uzunluk birimi)
nm	Nanometre (=10^{-9} m, uzunluk birimi)
β	Beta
UV	Ultraviyole
S. mutans	Streptococcus mutans
L. casei	Lactobacillus casei
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM	Geçirimli Elektron Mikroskobu

STM	Taramalı Tünellemeli Mikroskop
AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu
ISO	International Organization for Standardization (Uluslararası Standartlar Örgütü)
ADT	Agar Difüzyon Testi
DKT	Direkt Kontakt Testi
OD	Optik Dansite
LED	Light Emitting Diode
mg	Miligram (ağırlık birimi)
gr	Gram (=10^{-3} kg, ağırlık birimi)
kg	Kilogram (ağırlık birimi)
Ra	Ortalama pürüzlülük
P	Paskal (kuvvet birimi)
MPa	Mega paskal (kuvvet birimi)
Pa-s	Paskal saniye (yoğunluk birimi)
Tg	Camlaşma derecesi
N	Newton (kuvvet birimi)
µl	Mikrolitre (=10^{-6} litre, hacim birimi)
ml	Mililitre (=10^{-3} litre, hacim birimi)
mm^3	Milimetreküp (hacim birimi)
rpm	Revolution per minute (dakikadaki devir sayısı)
au	Atomik ünite
Pt	Platin
Au	Altın
Pd	Palladyum

1. GİRİŞ

Diş çürüğü; plak mikroorganizmaları, dişin yapısı, kişinin beslenme alışkanlıkları ve zaman gibi faktörlerin etkisi altında ilerleyen ve bu faktörlerin birbirleri ile etkileşmesi sonucu toplumda oldukça sık görülen enfeksiyonel bir hastalıktır. Diş çürüğünün tedavisi çürüğün mekanik ya da kimyasal bir yöntemle uzaklaştırılması ile mümkün olmaktadır. Buradaki amaç enfekte dentinin uzaklaştırılması ve çürükten etkilenmiş dentin dokusunun, yani parsiyel olarak demineralize olmuş, fakat kollajen matriksi bozulmamış ve remineralizasyon potansiyeline sahip dokuların korunmasıdır (Yazıcı ve ark 2002, Dinç 2012).

En az doku kaybı ile üst düzeyde fonksiyon ve estetik sağlamayı amaçlayan günümüz diş hekimliğinde, hasta talepleri de dikkate alındığında amalgama alternatif olarak rezin esaslı kompozit rezinler ön plana çıkmaktadır (Imazato ve ark 2003, Welch ve ark 2010). Kompozit rezinler, formülasyonlarındaki değişiklikler, geliştirilen fiziksel, mekanik ve kimyasal özellikleri, diş sert dokularına adezyonları ve estetik görünümleri ile restoratif materyaller içinde önemli bir yer tutmaktadır (Yüksel 2011).

Genel anlamda ‘kompozit’, farklı kimyasal yapıdaki iki ya da daha fazla sayıda malzemenin sınırlarını ve özelliklerini koruyarak oluşturduğu çok fazlı materyal olarak tanımlanmaktadır. Sonuç olarak kompozit materyal kendisini oluşturan bileşenlerin her birinin tek başına sahip olduğu özelliklerden farklı özelliklere sahip bir materyal olarak tanımlanabilmektedir (Yüksel 2011). Dental kompozit rezinler esas olarak organik faz içinde inorganik doldurucu fazının homojen bir şekilde dağılmasıyla elde edilen restoratif diş dolgu malzemeleridir. Ticari olarak üretilen dental kompozitlerin içinde organik faz olarak metakrilat monomerler, inorganik doldurucu faz olarak ise kuartz, borosilikat cam, baryum cam gibi doldurucular kullanılmaktadır (Oduncu 2009, Zimmerli ve ark 2010).

Kompozit rezinlerin yaygın olarak kullanılmalarının yanı sıra bazı dezavantajları da mevcuttur. Bunlar arasında polimerizasyon büzülmesi, su emilimi, kompozit rezin-dentin kenar uyumunun bozulması sonucunda mikrosızıntı ve sekonder çürüklerin meydana gelmesi sayılabilir (Jandt ve Sigusch 2009). Ek olarak kompozit rezinler diğer restoratif materyallere oranla daha fazla bakteriyel biyofilm

birikmesine neden olarak sekonder çürük riskini arttırmaktadır (Burke ve ark 2001, Featherstone 2004, Cate 2006, Sousa ve ark 2009). Mevcut restorasyonların değiştirilmesinde en önemli etkenin % 50-70 oranlarında sekonder çürük olduğu bildirilmiştir (Mjör ve Toffenetti 2000).

Diş ve restorasyon ara yüzeyindeki bakteri miktarının azaltılması ile sekonder çürük oluşma riskinin azalması beklenmektedir. Bu durum antibakteriyel etkinliği yüksek ve dişte remineralizyon yapma potansiyeli olan materyaller ile mümkündür (Hicks ve ark 1986, Wiegand ve ark 2007, Okida ve ark 2008). Günümüzde kullanılan kompozit rezinlerin karyojenik bakterilere karşı inhibisyon etkisi yetersizdir ve bu da kompozit rezinle restore edilen dişlerin sekonder çürük oluşumuna karşı dirençli olmadığını göstermektedir (Gilmour ve ark 1997). Bu nedenle antibakteriyel dental kompozit ve bonding ajanlarla karyojenik bakterilerin öldürülmesi veya biyofilm büyümesinin durdurulması istenen özelliklerdir (Imazato ve ark 2001, Xiao ve ark 2008).

Bu doğrultuda kompozitlerin organik ve inorganik yapıları her geçen gün gelişim göstermektedir. Nanoteknolojinin ve nanoteknolojik ürünlerin günlük hayatımıza girmesiyle birlikte üretilen kompozit rezinlerde daha üstün cilalanabilirlik, daha iyi optik ve estetik özellikler, daha fazla inorganik doldurucu oranı; buna bağlı olarak daha az monomer ve daha az polimerizasyon büzülmesi hedeflenmektedir (Jung ve ark 2007). Nanoteknoloji, nanopartiküllerin mevcut antibiyotiklere karşı dirençli olan bakteriler üzerinde de etkili olması nedeniyle, restoratif materyallere antibakteriyel özellik kazandırılması ve bu şekilde restorasyon ömrünün uzatılması konusunda araştırma konularından biri haline gelmiştir.

1.1. Dental Kompozit Rezinler

Kompozit kelimesi terminolojik olarak materyallerin fiziksel karışımı anlamına gelmektedir (Hickel 1998, Dayangaç 2000). Genel anlamda ise farklı yapı ve özellikteki bileşenlerin birbiriyle karışmasıyla oluşan, bileşenlerin tek tek sahip oldukları özelliklerden daha üstün özellikler gösteren iki ya da daha fazla farklı fazdan oluşan ürünlere kompozit malzeme denilmektedir (McCabe 1998).

Diş hekimliğinde bu konuda geliştirilen ilk materyal silikat simandır. 1800'lü yılların sonlarına doğru tanıtılmış olup alüminyum-silikat cam ve fosforik asitten elde edilmiştir. En önemli avantajı yavaş flor salınımı yapmasıdır. Ancak ağız sıvılarında yüksek derecede çözünmesi, renk değişimine ve mekanik özelliklerini kaybetmesine neden olduğundan yeni materyal arayışlarına neden olmuştur (Dayangaç 2000).

1945 yılında silikat simanların yerine akrilik rezinler piyasaya sunulmuştur. Bu materyaller silikat simanlara göre daha az çözünme göstermiştir ve renk stabiliteleri daha iyidir. Ayrıca kullanımları daha kolaydır, daha iyi parlatılabilirler ve başlangıç estetik özellikleri daha iyidir. Ancak polimerizasyon sırasında büzülmeleri, termal boyutsal değişimleri ve aşınma oranlarının yüksek olması dezavantajlarıdır (Roberson ve ark 2002).

Kompozit rezinler ilk olarak 1960'larda, akrilik rezinlerin olumsuzluklarını en aza indirmek amacıyla konservatif diş hekimliği alanına sunulmuştur (Powers ve Sakaguchi 2006). İlk olarak Rafeel Bowen tarafından geliştirilen ve günümüze kadar hızlı bir gelişme gösteren kompozit rezinler mine ve dentin dokusuna bağlanan ve esas olarak organik bir matriks içerisinde inorganik doldurucular ve organik yapı ile inorganik yapıyı birbirine bağlayan bağlayıcı kısımdan oluşan dolgu maddeleridir (Leinfeder 1985, Chen 2010). Yüksek aşınma dirençleri, düşük termal genleşme katsayıları ve düşük boyutsal değişim göstermeleri ile klinik performansları akrilik rezinlere oranla oldukça geliştirilmiştir (Powers ve Sakaguchi 2006).

Günümüzde kompozit rezinlerin diş hekimliğinde kullanıldığı alanlar (Roberson ve ark 2006);

• Ön ve arka bölgelerdeki sınıf I, II, III, IV, V restorasyonlar,

• Abrazyon ve erozyon sonucu oluşan servikal lezyonlar,

• Pit ve fissür örtücü olarak,

• Post ve kor yapımı,

• Direkt ve indirekt inley ve onley olarak,

• Direkt ve indirekt yöntemle yapılan laminat restorasyonlar,

• Kırılmış porselen kronların onarımı,

• Veneerler, inley, onleyler, ortodontik braketlerin yapıştırılması,

• Periodontal splintleme olarak sıralanabilmektedir.

Sonuç olarak amalgama alternatif olarak uzun yıllardan beri diş dolgu materyali olarak kullanılan kompozit rezinler, bileşimindeki değişikliklerle geliştirilebilen fiziksel özellikleri, diş sert dokularına bağlanabilmeleri ve geniş renk skalasına sahip estetik görünümleri ile ön plana çıkmaktadırlar.

1.1.1. Dental Kompozitlerin Bileşimi

Diş hekimliğinde kullanılan kompozit rezin materyaller üç esas öğeden ve yardımcı bileşenlerden oluşmaktadır (Dural 2009, Chen 2010, Tokdemirli 2010, Zimmerli ve ark 2010, Yüksel 2011);

- Organik Polimer Matriks (Organik faz)

- İnorganik Doldurucular (İnorganik faz)

- Bağlayıcı Ajan (Ara faz)

- Yardımcı Bileşenler

Organik Polimer Matriks

Kompozit rezinler, inorganik doldurucu partikülleri çevreleyen organik polimer matriksten meydana gelirler (Burgess ve ark 2002). Organik matriks, kompozitin kimyasal olarak aktif olan bileşenidir. 1962 yılında Bowen, dental kompozitlerde matriks olarak kullanılmak üzere glisidil metakrilat ve Bisfenol A epoksi içeren monomeri geliştirmiştir (Bowen 1962, 1963). Metil metakrilat gibi

daha küçük boyutlardaki monomerlere kıyasla dokulara olan düşük difüzyonu ve düşük uçuculuğu, ayrıca hacimsel büzülmesinin az olması gibi avantajlara sahiptir (Antonucci ve Stansbury 1997). Bis-GMA (Bisfenol glisidil metakrilat) veya "Bowen rezini" olarak bilinen bu monomer hidroksil grupları ile monomer molekülü arasındaki hidrojen bağlarından dolayı ve yüksek molekül ağırlığı nedeniyle oldukça visköz bir yapıya sahiptir (Gönülol 2009, Oduncu 2009, Chen 2010).

Bis-GMA monomerinin visköz yapısı kompozit rezine yeterli doldurucu yüklemesini zorlaştırmaktadır. Bu problemi aşmak amacıyla daha düşük molekül ağırlıklı TEGDMA (trietilen glikol dimetakrilat) monomeri yapıya eklenerek visközitenin azaltılması amaçlanmıştır (Ferracane 1995, Gönülol 2009, Oduncu 2009, Zimmerli ve ark 2010). Bis-GMA / TEGDMA kombinasyonu dental kompozitlerde bugüne kadar en çok kullanılan matriks monomer kombinasyonunu oluşturmuştur (Gönülol 2009, Arcis 2002). Bununla birlikte, Bis-DMA (bisfenol A dimetakrilat), MMA (metil metakrilat) ve EDMA (etilen glikol dimetakrilat) gibi düşük visköziteli diğer monomerler de organik matrikse ilave edilerek farklı kombinasyonlar elde edilebilmektedir (O'Brien 1997, Craig 2000, Gönülol 2009).

İnorganik Doldurucular

İnorganik doldurucu faz organik matriks fazı içerisinde dağılmış farklı büyüklükte ve şekilde olabilen, materyalin mekanik özelliklerinin belirlenmesinde önemli rolü olan maddelerdir (Dayangaç 2000, Çetin 2009, Oduncu 2009). Doldurucu partiküllerin boyut ve miktarı kompozitin tipini ve klinikte kullanım alanını belirlemektedir (Wakefield ve Kofford 2001). İnorganik doldurucular kompozitin fiziksel ve mekanik özelliklerini geliştirmekte, termal genleşme katsayısını küçülterek polimerizasyon büzülmesini azaltmakta, kompozit rezine radyoopasite kazandırmakta ve renk değişimi, su emilimi, mikrosızıntı ve alerjik reaksiyonlar gibi olumsuz durumların önlenmesinde önemli rol oynamaktadırlar (Burgess ve ark 2002, , Oduncu 2009, Chen 2010, Zimmerli ve ark 2010). Dental kompozit rezinlerde kuartz, amorf silika, zirkonyum dioksit, baryum cam, borosilikat cam, baryum ve hidroksiapatit gibi inorganik partiküller doldurucu olarak kullanılabilmektedir (Chen 2010, Yüksel 2011). İnorganik doldurucular istenilen özelliklerin elde edilebilmesi için diğer iyonlarla modifiye edilebilmektedir. Örneğin lityum ve alüminyum iyonları camın küçük partiküllere ayrılmasında kolaylık

sağlamaktadır. Günümüzde sıklıkla kullanılan doldurucular borosilikatlar ve lityum-alüminyum, baryum, çinko ve yitriyum modifiye silikatlardır (O'Brien 1997, Moszner ve Salz 2001, Bayne ve ark 2002, Xu 1999).

Dental kompozit rezinlerin fiziksel özellikleri inorganik dolduruculaın partikül şekli, boyutu, kompozisyonu ve hacimsel oranı gibi özelliklerinden etkilenmektedir (Oduncu 2009).

Doldurucu partikül şekli

Kompozit rezinlerde kullanılan inorganik doldurucu partiküller küre benzeri şekilde ya da materyale mekanik açıdan olumlu özellikler sağlaması için düzensiz şekilde kullanılabilmektedir (Barbucci 2002). Bununla birlikte inorganik doldurucu partikül şekli kompozitlerin stres özelliklerini de belirlemektedir. Örneğin düzensiz şekilli inorganik doldurucu partikülleri, partikülün açılı durduğu bölgelerde stres konsantrasyonuna sebep olurken, küresel şekilli olanlar stresi daha homojen olarak dağıtmaktadırlar (Craig 2000). Yuvarlak şekilli doldurucu içeren kompozitlerde daha fazla inorganik doldurucu yüklemesi yapılabilmekte ve buna bağlı olarak materyalin sertliği ve esneme dayanımı artmaktadır (Zimmerli ve ark 2010). Karışık tiplerde doldurucu içeren kompozit rezinlerde (hibrit kompozitler) doldurucu içeriği ile esneme dayanımı arasında doğrusal bir ilişki bulunamamıştır (Kim ve ark 2002, Zimmerli ve ark 2010).

Doldurucu partikül boyutu

Dental kompozitlerde farklı boyutlarda doldurucular kullanılabilmektedir. İnorganik doldurucu partikül büyüklüğü özellikle yüzey pürüzlülüğünü etkilemektedir. Küçük partiküllü dolduruculaın kullanılması polisajın daha iyi yapılabilmesini sağlamakta ve daha estetik bir bitim yüzeyi elde edilmektedir (Fortin ve Vargas 2000, Ikejima ve ark 2003). Bu doğrultuda kompozit rezinlerde kullanılan doldurucu partikül büyüklükleri zamanla azalmıştır ve mikron boyutlarından nano boyutlara indirilmiştir (Ferracane 1995).

Doldurucu partikül - hacim oranı

Kompozit rezinler içerisindeki doldurucu partikül oranları, terim olarak ağırlıkça ve hacimce olarak vurgulanmaktadır (Charles ve Kelly 2001). Ağırlıkça

olan doldurucu yüzdesi hacimce olan doldurucu yüzdesinden daha büyüktür. Dental kompozitlerde inorganik doldurucu miktarı ağırlık olarak % 70-85, hacim olarak % 55-70 arasında değişmektedir. Kompozit rezinlerin fiziksel özellikleri kompozit içerisindeki doldurucu partiküllerin miktarı ile yakından ilişkilidir. Daha yüksek yüzdede doldurucu partikül içeriği kompozit rezinlerin daha iyi fiziksel özelliklere sahip olmasını sağlamaktadır (Kalachandra 1995, Ikejima ve ark 2003). Yüksek doldurucu içeren kompozitlerde ısısal genleşme katsayısı, su emilim miktarı ve polimerizasyon büzülmesi azalırken, elastisite modülü, çekme dayanımı ve kırılma dayanımı artmaktadır (Ikejima ve ark 2003). Böylece doldurucu içerik arttırılarak arka bölge dişlerin restorasyonunda kullanılabilecek yeterli mekanik özelliklere sahip kompozit rezinlerin üretilebilmesi sağlanmıştır (Meyer ve ark 2003).

Doldurucu partikül kompozisyonu

Kompozit rezinlerin yapısında bulunan inorganik yapı, organik matriks içerisine dağılmış olan çeşitli şekil ve büyüklükteki inorganik doldurucu partiküllerden oluşmaktadır (McLean ve Wilson 1977). Kompozit rezin içerisindeki doldurucu partiküller materyalden materyale değişmekle birlikte; kuartz, amorf silika, zirkonyum dioksit, stronsiyum/borosilikat cam, lityum alüminyum silikat, çinko silikat, baryum, hidroksiapatit ve silikon dioksit gibi materyaller kullanılmaktadır. Bunların her biri diğerlerinden farklı karakteristik özelliklere sahiptir (Ferracane 1995, Yüksel 2011).

1970'lerden bugüne en çok kullanılan doldurucu partikül kuartz olmuştur. Bu materyal kimyasal olarak inerttir ve yüksek ışık kırıcı indekse sahiptir. Aşırı sert oluşu nedeniyle kuartz eklenen kompozitin polisaj ve bitirme işlemleri zordur (Yüksel 2011). Isısal genleşme katsayısının ve aşındırma oranının yüksek olması ve radyoopak olmaması dezavantajlarıdır.

Birçok kompozitte kuartzın yerini radyoopak olan baryum, stronsiyum, çinko, aluminyum veya zirkonyum gibi ağır metal partikülleri almıştır. Cam doldurucular kompozit rezinin polimerizasyonu sırasında kompozit rezin ile diş arasındaki termal genleşme katsayısı uyumsuzluğu sonucu oluşan polimerizasyon büzülmesini azaltmaktadırlar (Khor 2001, Mi ve ark 2001, Hin 2004).

Bağlayıcı ajan (Ara faz)

Kompozit rezinin yeterli mekanik özelliklere sahip olması için inorganik ve organik fazın güçlü bir şekilde birbirine bağlanması çok önemlidir. Matriksle iyi bağlanmış doldurucu partikülleri kompozit rezinin fiziksel ve mekanik özelliklerini geliştirmektedir (Yüksel 2011). Doldurucu partiküller ile matriks arasında polimer matriksin daha sert ve bükülmez bir yapıya dönüşmesini sağlayan bu bağlanma uygun bağlayıcı ajanlar sayesinde olmaktadır (Phillips 1991, Khor 2001, Mi ve ark 2001, Hin 2004).

Bağlayıcı ajan olarak titanatlar ve zirkonatlar kullanılmalarına rağmen organosilanların kullanımı daha yaygındır (Yüksel 2011). Bu amaçla 'silan' olarak adlandırılan ve cam doldurucu kompozitlerde yaygın olarak kullanılan ajan MPTS (γ-metakriloksipropil trimetoksisilan)'dır (Bowen 1963). Cam ve silan arasındaki yüzeyde meydana gelen kondensasyon reaksiyonu silanın kovalent bağla cam yüzeyine bağlanmasını sağlar (Oduncu 2009). Silanlar inorganik fazın özellikle silika partiküllerinde olumlu sonuçlar verdiğinden dolayı kompozit rezinlerin büyük bir çoğunluğunda silika içerikli inorganik doldurucular kullanılmaktadır (Oduncu 2009).

Bu bağlantı üretim aşamasında inorganik faz ile organik faz karıştırılmadan önce doldurucu partiküllerin yüzeyine bağlayıcı bir ajanın uygulanması ile sağlanmaktadır. Bu uygulama kompozitin fiziksel ve mekaniksel özelliklerini geliştirdiği gibi organik matriks-partikül ara yüzü boyunca su geçişini engelleyerek hidrolitik dengeyi sağlamakta, rezinin çözünürlüğünü ve su emilimini azaltmaktadır (Dayangaç 2000, Anusavice 2003). Silan aynı zamanda bağlantı streslerinin, rezin matriks ve doldurucular arasında paylaşılmasını sağlamakta, böylece doldurucu partiküllerin restorasyon yüzeyinden koparak uzaklaşmasına engel olmaktadır.

Yardımcı Bileşenler

Kompozitler bu üç fazın yanı sıra reaksiyon başlatıcı, aktivatör, inhibitör ve renk pigmentleri gibi yardımcı bileşenler de içerir. Kimyasal olarak aktive edilen kompozit rezinlerde benzoil peroksit gibi başlatıcılar ve tersiyer amin (N,N-dimetil-p-toluidin, N,N-dihidroksietil-ptoluidin, vb.) gibi aktivatörler kullanılır. Polimerizasyonu ışık ile başlatılan kompozit rezinlerde ise kamforokinon (CQ) gibi diketon fotobaşlatıcılar ile dimetil aminometakrilat (DMAEMA) gibi aktivatörler

kullanılır (Halvorson ve ark 2004, Janda ve ark 2004). Bu sistemler ile polimerizasyonun derinliği geliştirilmiş ve çalışma zamanı kontrolü gibi birçok avantaj elde edilmiş olur (Yüksel 2011). Işıkla aktive olan dental kompozitler tek pasta halinde ışık geçirmez kaplar içinde tutulmaktadır. Serbest radikal başlatıcı sistem olan fotokimyasal reaksiyon başlatıcı ve amin başlatıcı bu pasta içinde bulunmaktadır. Bu iki komponent ışık olmadığı sürece birbiriyle etkileşime girmemekte ve özellikle mavi ışık uygulaması ile birlikte (yaklaşık 468 nm dalgaboyu) fotokimyasal reaksiyon başlatıcı uyarılmaktadır. Bundan sonra fotobaşlatıcının aminle reaksiyona girmesi sonucu serbest radikaller oluşmakta böylece eklemeli polimerizasyon başlamaktadır. Fotokimyasal reaksiyon başlatıcı olarak sıklıkla kullanılan CQ, 400 nm ile 500 nm arasındaki mavi ışık dalga boylarını absorbe etmektedir (Willems ve ark 1993, Bayne ve ark 1994, Anusavice 2003).

Organik matrikse inhibitör olarak eklenen hidroksitoluen, monomerlerin kendi kendilerine ya da kaza sonucu polimerize olmalarını önleyerek malzemenin raf ömrünü uzatmaktadır. İnhibitörler serbest radikallere karşı yüksek potansiyel reaktifliğe sahiptirler. Uygulama esnasında kısa süreli oda ışığına maruz kalma sonucunda oluşabilecek herhangi bir serbest radikalle reaksiyona girerek, serbest radikal ile monomer etkileşimini önlerler. Böylelikle serbest radikal oluşumu sonucu polimerizasyon başlamadan zincir büyüme reaksiyonu durdurulmuş olur. Zincir büyüme reaksiyonu bütün inhibitörler tüketildikten sonra başlamaktadır. Bu amaçla genellikle kullanılan inhibitör BHT (bütilat hidroksitoluen)'dir (Anusavice 2003, Oduncu 2009).

Doğal diş yapısına benzer görüntü elde etmek için kompozitlerin değişik renk tonları ve ışık geçirgenliğinin olması gerekir (Yüksel 2011). Farklı renk tonları çeşitli pigmentler ilave edilerek sağlanmaktadır. Bu pigmentler genellikle az miktarlarda metal oksit partiküllerinden oluşmaktadır (Oduncu 2009, Yüksel 2011). Tüm optik modifiye ediciler kompozit rezinin ışık geçirme özelliğini etkilemektedir. Yapılan çalışmalara göre farklı renk tonlarının ve opasitelerin farklı sertleşme derinlikleri vardır. Bu nedenle koyu renk ve opasitesi yüksek kompozitlerin iyi polimerize olması için daha ince tabakalar halinde uygulanması tavsiye edilmektedir (Dayangaç 2000, Anusavice 2003, Rawls ve Esquıvel-Upshaw 2003).

1.1.2. Dental Kompozitlerin Sınıflandırılması

Kompozit rezinlerin doldurucu boyutlarına göre ilk sınıflandırılması Lutz ve Phillips tarafından yapılmıştır (Lutz ve Phillips 1983). Kompozit rezinler inorganik doldurucu partikül boyutlarına, ağırlık ya da hacim yüzdesine, kompozitin visközitesine ve polimerizasyon yöntemlerine göre sınıflandırılabilmektedir (Craig 2000, Dayangaç 2000).

Kompozit rezinler inorganik doldurucu partikül boyutlarına göre megafil, makrofil, midifil, minifil, mikrofil, hibrit ve nanofil kompozitler olarak sınıflandırılabilir (Çizelge 1) (Dayangaç 2000).

Çizelge 1. Kompozit rezinlerin inorganik doldurucu partikül boyut ve yüzdelerine göre sınıflandırılması (Lutz ve Philips 1983).

İnorganik dolgu partikül büyüklüğü (µm)	**İnorganik dolgu partikül yüzdesi (% ağırlık)**
Megafil kompozit (50-100)	Değişen miktarlarda
Makrofil kompozit (10-100)	% 70-80
Midifil kompozit (1-10)	% 70-80
Minifil kompozit (0,1-1)	% 75-85
Mikrofil kompozit (0,01-0,1)	% 35-60
Hibrit kompozit (0,04-1)	% 75-80
Nanofil kompozit (0,005-0,01)	% 85-90

Kompozitlerin İnorganik Doldurucu Partikül Boyutlarına Göre Sınıflandırılması

Megafil kompozitler

Bu kompozitlerde inorganik doldurucu partiküller 50-100 µm boyutları arasında β-kuartz silikadan oluşmaktadır. 'İnsert' diye adlandırılan cam partikülleri de (0,5-2 mm) mega doldurucu partiküller arasında değerlendirilir (Bayne ve ark 1994, Sturdevant 1995). Megafil kompozitler aşınmaya karşı dirençli oldukları için çiğneme kuvvetlerine daha fazla maruz kalan bölgelerin restorasyonunda önerilen materyaller olmuşlardır (Dayangaç 2000).

Makrofil kompozitler

Makrofil kompozitler ilk olarak 1960'larda geliştirilmiştir ve doldurucu partikül boyutları 10-100 µm arasındadır. Bunlar geleneksel kompozitler veya büyük partiküllü kompozitler olarak adlandırılırlar (Burgess ve ark 2002). Bu

kompozitlerde inorganik doldurucu olarak kullanılan kuartz partiküllerinin sert ve büyük olması organik matriksin inorganik partiküllerden daha fazla aşınmasına yol açmakta ve sonuçta yüzey pürüzlülüğü ve renklenme meydana gelebilmektedir (Dayangaç 2000). Okluzal aşınmalara ve çiğneme kuvvetlerine karşı istenilen düzeyde dirençli olmayan bu tür kompozitlerin posterior bölgelerde kullanımı önerilmemektedir (Sturdevant 1995).

Midifil kompozitler

Makrofil dolduruculu kompozitlerin olumsuz özelliklerinin üstesinden gelebilmek için daha küçük doldurucu büyüklüğünde üretilmiş kompozitlerdir. İnorganik partikül boyutları 1-10 μm arasında olan midifil kompozitler ince veya küçük partiküllü kompozitler olarak adlandırılmaktadırlar (Dayangaç 2000, Burgess ve ark 2002). Bu kompozitler mikrofil kompozitlerden daha yüksek dayanıklılık değerleri gösterirken, makrofil kompozitlere göre daha iyi cilalanabilmektedirler (Burgess ve ark 2002). Makrofil kompozitlere göre avantajlı olsalar da benzer sorunlar nedeniyle günümüzde tercih edilmemektedirler (Sturdevant 1995).

Minifil kompozitler

Bu kompozitlerde doldurucu partikül boyutları 0,1-1 μm arasındadır ve partikül miktarı makrofil kompozitlere oranla daha fazladır (Dayangaç 2000, Burgess ve ark 2002, Tokdemirli 2010). Minifil kompozitlerde inorganik dolduruculer kuartzdan daha kırılgan olan baryum ve stronsiyum gibi ağır metalleri içeren, cam ile yoğunlaştırılmış partiküllerdir. Kuartz yerine bu tür partiküllerin kullanılması ile kompozit rezine radyoopasite kazandırılmış ve daha düzgün bitim yüzeyi elde edilebilmektedir (Dayangaç 2000, Tokdemrili 2010). Bu kompozitlerin estetik özellikleri iyi olmasına rağmen çiğneme kuvvetlerine karşı dirençleri azdır (Sturdevant 1995).

Mikrofil kompozitler

Makrofil kompozitlerin pürüzlülük ve renklenme problemlerinin üstesinden gelebilmek ve cilalanabilir kompozit materyali elde etmek amacıyla 0,01-0,1 μm boyutları arasında kolloidal silika partikülleri kullanılarak mikrofil kompozitler üretilmiştir (Willems 1992, Jones 1998, Craig 2000, Burgess ve ark 2002). Bu

kompozitler doldurucu partiküller ile organik matriks aynı oranda aşındığından dolayı düzgün bitim yüzeyine sahiptirler ancak kırılma dayanıklılıkları ve mekanik özellikleri zayıftır (Sturdevant 1995, Phillips 1996, Dayangaç 2000).

Hibrit kompozitler

Farklı büyüklükteki doldurucu partiküllerin karışımını içeren kompozit rezinlere 'hibrit' kompozitler adı verilir. Bu kompozitlerin partikül boyutları makro partiküllü rezinden daha küçük, partikül miktarı ise mikro partiküllü kompozit rezinden daha fazladır (Sturdevant 1995). Her iki kompozit rezinin özelliklerini taşımasına rağmen hibrit türünün belirlenmesinde büyük partikülün adı kullanılır. Küçük partiküller karışımın ikinci bileşenidir. Gelişmiş radyoopasite özellikleri, mikrofil kompozitlere göre daha az polimerizasyon büzülmesi göstermeleri ve daha az teknik hassasiyet gerektirmeleri hibrit kompozitlerin avantajlarıdır (Craig 2000). Hibrit ve özellikle 'mikrohibrit' kompozitler, mekanik ve estetik özelliklerindeki gelişmelerle hem anterior hem de posterior bölgede başarıyla uygulanabilen kompozit türleridir (Oduncu 2009).

Hibrit kompozitlerdeki son gelişme nanodoldurucu teknolojisi ile geliştirilen 'nanohibrit' kompozit rezinlerdir. Nanohibrit kompozitler nanometre boyutunda doldurucu partiküller (0,005–0,01 μm) ile geleneksel tipteki doldurucu partiküllerin kombinasyonunu içermektedir. Nanohibrit kompozitler mikrofil kompozitlerin uygulama ve cilalanabilme özellikleri ile geleneksel hibrit kompozitlerin fiziksel dayanıklılıkları ve aşınma dirençlerini gerçek anlamda taşıyan üniversal kompozit rezinler olarak sınıflandırılabilir (Swift 2005).

Nanofil kompozitler

'Nano' kelimesi Yunanca kökenli olup metrenin milyarda biri (1 nanometre = 10^{-9} metre) anlamına gelir. Nanoteknoloji, nanometre ölçeğindeki fiziksel, kimyasal ve biyolojik olayların anlaşılması, kontrolü ve üretimi amacıyla, fonksiyonel materyallerin, cihazların ve sistemlerin geliştirilmesidir. Günümüzde üreticiler nanometrik boyutta doldurucu partikül içeren yeni dental kompozit rezinler üretmektedirler (Duke 2003, Mitra ve ark 2003).

Diş hekimliğinde nanokompozitlerin üretim amacı; mikrofil kompozitler gibi iyi cilalanabilme ve hibrit kompozitler gibi güçlü mekanik özellikleri bir arada bulunduran ve hem anterior hem de posterior bölgede kullanılabilen kompozitler üretmektir (Jung ve ark 2007). Nanopartiküllerin üretimi diğer geleneksel partiküllerin üretim şeklinden farklılıklar göstermektedir. Geleneksel doldurucu partiküller büyük kütlelerin öğütülmesi sonucu daha küçük partiküllerin elde edilmesi şeklinde üretilir. Ancak bu işlemlerle 100 nm'den daha küçük doldurucu partiküller üretilemez. Nanopartikül teknolojisinde elde edilen partiküller ise atomun atoma, molekülün moleküle ilavesi şeklinde olmaktadır. Bu kompozitlerin yapısındaki inorganik partiküller görünür ışık dalga boyundan daha küçüktür. Bu kadar küçük olmaları dolayısıyla çeşitli polimer zincirleri arasına iyi bir uyum göstererek yerleşebilirler (Mitra ve ark 2003).

Nanofil teknolojisi ile üretilen restoratif materyaller 2 tip doldurucu içerirler;

1- Nanomerler

2- Nano kümeler (Mitra ve ark 2003).

Nanomerler 5–75 nm boyutlarında toplu halde bulunmayan ve kümeleşmeyen silika partiküllerini ifade etmektedir. Nano boyuttaki doldurucular sayesinde organik yapı ile temas eden yüzey alanının arttığı ve böylece inorganik faz-organik faz bağlantısının daha kuvvetli olduğu bildirilmiştir (Mitra ve ark 2003). Kompozitin yapısına katılan ikinci doldurucu tipi nano kümelerdir ve bu yapı iki farklı doldurucu tipinden oluşmaktadır. İlki başlangıç partikül boyutları 2-20 nm olan zirkonyum ve silika partikülleri, ikincisi partikül boyutları 75 nm olan silika partikülleridir. Bu partiküllerin oluşturduğu nanokümelerin ortalama boyutları 0,60-1,4 μm arasında değişmektedir. Zayıf bağlantılı kümeler termodinamik faktörler yardımıyla tek bir ünite gibi hareket etmekte ve kompozitin monomer miktarının minimum düzeyde olmasını sağlamaktadırlar. Tek büyük partikül gibi davranan bu nanomer grupları restorasyona gelen basınçlar karşısında yapısal bütünlüğün korunmasını sağlamaktadırlar. Bu sayede nanofil kompozitlerin aşınma direnci ve mekanik özellikleri artarken yüzey özelliklerinin devamlılığı sağlanmaktadır (Mitra ve ark 2003, Ure ve Harris 2003).

Nanomer ve nanokümeler sayesinde ağırlıkça % 72-87 oranında doldurucu içeren kompozit rezinler üretilebilmektedir. Böylece kolay uygulanabilirlik, gelişmiş dayanım ve aşınma özelliklerine sahip, cilalanma ve cilalı kalma özelliklerini uzun süre devam ettirebilen kompozitler üretilebilmektedir (Davis 2003, Duke 2003, Mitra ve ark 2003, Ure ve Harris 2003).

Bununla birlikte, aşınma direncini arttırmak için 'ormoser' (organik modifikasyon seramik) esaslı kompozitler de üretilmiştir. Kompozitlerdeki bir diğer gelişme de polimerizasyon büzülmesini azaltmak amacıyla geliştirilen, organik içeriği 'siloran' esaslı kompozit rezinlerin üretilmesidir. Bu kompozitler doldurucu açısından bakıldığında mikrohibrit kompozit olarak sınıflandırılabilir. Siloran esaslı kompozitler halka açılması polimerizasyonu yaparken, monomerler açılarak birbirlerine bağlanırlar, düzleşirler ve birbirlerine doğru uzarlar. Böylece diğer kompozitlere oranla belirgin şekilde daha az büzülme gösterirler (Stansbury ve ark 2005).

Kompozitlerin Polimerizasyon Yöntemlerine Göre Sınıflandırılması

Kimyasal Yolla Polimerize Olan Kompozitler

Kimyasal olarak aktive olan kompozitler iki pat halindedir ve bu ikisinin karıştırılmasıyla polimerizasyon başlar. Patlardan birinde polimerizasyonu başlatan benzoil peroksit diğerinde ise polimerizasyon hızlandırıcısı olan organik amin bulunur. İlk üretilen sistemlerde organik amin olarak DMPT (N-dimetil-p-toluidin) kullanılmıştır. Yakın dönemde ise renk stabilizasyonu açısından daha kabul edilebilir olan DHEPT (dihidroksietil-p-toluidin) kullanıma sunulmuştur. Kimyasal olarak polimerize olan kompozit rezinlerin vücut ısısı nedeniyle merkeze doğru gösterdikleri büzülme, içerdikleri tersiyer amin nedeniyle görülen renklenme, çalışma sürelerinin kısa oluşu gibi önemli dezavantajları vardır (Phillips 1991, Craig 2000, Dayangaç 2000).

Işıkla Polimerize Olan Kompozitler

Işık ile polimerize olan kompozitler ilk olarak Michael Buonocore tarafından 1970 yılında rapor edilmiş, 1971 yılında ise Caulk tarafından dünyaya tanıtılmıştır

(Craig 2000). Kompozit rezinler başlangıçta ultraviyole (UV) ışık ile polimerize edilmiş, yeterli polimerizasyon derinliği sağlayamaması, retina ve yumuşak dokuya zarar vermesi gibi bazı dezavantajlarından dolayı bu sistem terkedilmiştir (Craig 2000).

Görünür ışıkla polimerize olan kompozit sistemlerinde polimerizasyon başlatıcı olarak diketon olan benzil veya sıklıkla ışık absorpsiyonu 400 nm ile 500 nm arasında olan CQ kullanılmaktadır. Aromatik amin (dimetil aminometakrilat (DMAEMA) veya dimetil-p-toluidin) ise hızlandırıcı olarak kullanılır (Barbucci 2002). Bu kompozitlerde serbest radikal başlatıcı sistem olan fotokimyasal reaksiyon başlatıcı ve amin başlatıcı, tek pat halinde ışık geçirmez şişe içinde bir arada bulunmaktadır. Bu iki komponent ışık görmediği sürece birbiriyle etkileşime girmemekte, mavi ışık uygulandığında (yaklaşık 468 nm) ise fotokimyasal reaksiyon başlatıcının (CQ) uyarılmış alanı üretilmektedir. Bundan sonra CQ, aminle reaksiyona girerek serbest radikaller oluşturmakta böylece eklemeli polimerizasyon başlamaktadır (Sturdevant 1995, Anusavice 2003). Bu kompozitlerde polimerizasyonun kontrolü hekimdedir, çalışma rahatlığı ve uygulama kolaylığı vardır, renk stabilitesi uygundur, estetiktir ve karıştırma işlemi olmadığı için hava kabarcığı ya da pörözite oluşması ihtimali zayıftır (Bagis ve Rueggeberg 2000).

Hem Kimyasal Yolla Hem Işık İle Polimerize Olan Kompozitler

Bu kompozitler iki pat halindedirler. Karıştırıldıktan sonra uygulandıkları bölgede polimerizasyon önce ışık ile başlatılır, ışığın ulaşamadığı bölgelerde ise kimyasal olarak 8-24 saat içinde tamamlanır. Kimyasal polimerizasyon hızı yavaştır ancak polimerizasyonun tam olarak gerçekleşmesinden endişe edilen durumlarda kullanılması önerilmektedir (Sturdevant 1995). Bu tip kompozitlerin özellikle derin kavitelerde, 2 mm'den daha kalın rezin uygulamalarında ve uygulamanın zor olduğu interproksimal alanlarda uygulanabileceği belirtilmiştir (Dayangaç 2000).

Kompozitlerin Visközitelerine Göre Sınıflandırılması

Visközitelerine göre kompozitler ikiye ayrılır (Bayne ve Thompson 2006);

- Kondense olabilen kompozitler (*packable*)

- Akışkan kompozitler (*flowable*)

Kondense (Yoğunluğu Artırılmış) Olabilen Kompozitler

Kondense kelimesinin anlamı basınç uygulandığı zaman materyal hacminin azalması olduğu için sıkı sıkıya doldurma anlamına gelen ‘packable’ kelimesi bu grubu daha iyi tanımlar (Manhart ve ark 2000). Bu tür kompozitler hibrit kompozitlere oranla daha yüksek oranda doldurucu içerirler ve doldurucu dağılımı farklıdır. Partikül boyutları ise 15-80 μm arasındadır (Leinfelder 1998, Manhart ve ark 2000, 2001).

Bu materyaller amalgamlara benzer şekilde sıkıştırılan, şekillendirilen ve işlenen kompozitler olarak piyasaya sürülmüştür. Uygulanmaları geleneksel kompozit rezinlerden daha kolaydır ve basınç ile uygulandıklarından iyi bir marjinal kapanma sağlarlar (Leinfelder 1998, Kelsey ve ark 2000, Manhart ve ark 2000, 2001). Sınıf II kavitelerde geleneksel kompozit materyallerin kullanımı esnasında karşılaşılan en büyük problemlerden biri olan kontak noktasının sağlanmasındaki zorluklar bu kompozitlerle giderilmeye çalışılmıştır (Kelsey ve ark 2000, Chen ve ark 2001).

Kondense olabilen kompozitler yapışkan olmadıklarından temiz aletlerle bir seferde yerleştirilip işlenebilmekte böylece son bitirme ve düzeltme işlemleri daha kolay olmaktadır. Fakat hibrit kompozitlere oranla daha büyük doldurucu partiküller içermesinden dolayı bitirme ve polisaj işlemlerinden sonra pürüzlü yüzey oluşma riski fazladır. Bu tip kompozitlerde yüksek yoğunluğu nedeniyle daha derin polimerizasyon sağlanmakta ve böylece 5 mm'den sığ kavitelerin tek seferde doldurulması mümkün olmaktadır (Chen ve ark 2001).

Akışkan Kompozitler

1995 yılından beri ‘akışkan’ olarak tanımlanan bu kompozitler düşük viskoziteli hibrit rezinlerdir. Akıcı özellikleri ile diş yüzeylerine oldukça iyi uyum sağladıklarından dentin duyarlılığının giderilmesinde, kaide ve astar materyali olarak, amalgam, kompozit ve kronlarda oluşan kenar kırıklarının onarımında, mine defektlerinde, girişin zor olduğu kaviteler ve küçük kavitelerde başarı ile kullanılabileceği belirtilmiştir (Bayne ve ark 1998, Chuang ve ark 2004, Eichmiller 2012). Bununla birlikte termal genleşme katsayısı, aşınma oranı, yüzey pürüzlülüğü

değerleri geleneksel kompozitlere göre daha fazladır ve fiziksel özellikleri daha zayıftır (Bayne ve ark 1998, Chuang ve ark 2004).

1.3. Diş Çürüğü ve Sekonder Çürük

Diş çürüğü, plak içerisindeki mikroorganizmaların karbonhidratları fermente ederek asit oluşturmaları ile başlayan, diş dokularının patolojik ve lokal yıkımı şeklinde tanımlanabileceği gibi, dişin kendi içerisinde sert dokuları arasındaki elektrostatik dengenin, dişten iyon kaybı ile sonuçlanacak biçimde bozulması ile dişin inorganik komponentlerinin demineralizasyonu ve organik yapının enzimatik olarak bozulması olarak da ifade edilebilir (Krutchkoff 1981, Thylstrup ve Fejerskov 1994, Marsh 1999, Zero 1999). Başka bir ifadeyle diş çürüğü; mine, dentin ve sementin inorganik kısımlarında yıkım, organik kısımlarında harabiyet gözlenen, etiyolojisinde birden fazla faktörün yer aldığı bir enfeksiyon hastalığı olarak tanımlanmaktadır (Ağaçkıran 2009).

Koruyucu yaklaşımlardaki gelişmelere rağmen oral hijyen alışkanlıklarının uygulanmamasına ve diyetin düzenlenmemesine bağlı olarak çürük oluşumu engellenememektedir. Çürük oluşan dişler çeşitli materyallerle restore edilerek kalan diş dokularının desteklenmesi ve fonksiyonunu sürdürmesi amaçlanmaktadır. Restoratif diş hekimliğinde estetiğin daha fazla önem kazanması ve minimal kavite preparasyonlarının tercih edilmesi nedeniyle, kompozitlerin ve adeziv ajanların kullanımı yaygınlaşmıştır (Hickel ve ark 1998). Bu konudaki yeni gelişmelerle birlikte kompozit restorasyonlar estetik üstünlüğü ve diş dokusuna güçlü bir şekilde bağlanma yeteneği nedeniyle dolgu materyali, kavite ve pit-fissür örtücü, inley, onley, ortodontik ve endodontik amaçlı siman gibi çeşitli alanlarda kullanılabilmektedirler (Roberson ve ark 2011).

Bununla birlikte kompozit restorasyonların başarısızlık nedenleri genellikle bu restorasyonlar ile bitişik alanlarda çürük lezyonu gelişmesi ile ilişkilidir (Imazato ve ark 2003, Yudovin-Farber ve ark 2008). Kavite preparasyonundan sonra kalan diş dokusu ve restorasyon arasındaki mikroboşluklardan hidrojen iyonlarının difüzyonu ile başlayan ve mevcut restorasyonun marjininde oluşan yeni çürüğe ‘sekonder çürük’ adı verilmektedir (Totiam ve ark 2007). Ayrıca tam kaldırılmayan çürük nedeniyle geride aktif bakterilerin kalabileceği de belirtilmiştir (Imazato ve ark 2006).

Bununla birlikte, kompozit materyallerin seramik ve metal gibi malzemelere kıyasla daha fazla plak birikimine neden olduğu *in-vitro* (Skjörland 1973,1976,

Aydın Sevinç ve Hanley 2010) ve *in-vivo* (Weitman ve Eames 1975, Svanberg ve ark 1990, Aydın Sevinç ve Hanley 2010) çalışmalarla gösterilmiştir (Imazato ve ark 1994). Restorasyon materyali dişe yerleştirildikten sonra hızlı bir şekilde yüzeyini kaplayan pelikıl tabakasındaki (Ben-Amar ve Cardash 1991) mikroorganizmalar, kompozitteki düzensiz yüzeyler ve mikroboşluklara akın etmektedir (Totiam ve ark 2007). Kompozitlerin antibakteriyel özelliklerinin olmamasının yüzeyde plak birikimine ve *S. mutans* gibi bakterilerin kolayca üremelerine yol açtığı belirtilmiştir (Skjorland ve Sonju 1982, Imazato ve ark 1994, Yudovin-Farber ve ark 2008).

Yeterli zaman ve koşullar sağlandığında bu mikroorganizmalar kavite duvarları boyunca diş yapısında demineralizasyon başlatmakta ve sekonder çürük oluşturmaktadırlar (Imazato ve ark 1994, Totiam ve ark 2007, Aydın Sevinç ve Hanley 2010). Bu durum restorasyonların değiştirilme sebeplerinin başında gelmektedir (Friedl ve ark 1995, Mjör ve Gordan 2002, Forss ve Widstrom 2004, Sarrett 2007, Melo ve ark 2013). Restoratif materyallerdeki gelişmelere rağmen zaman içerisinde diş yüzeyi ve restorasyon arasında meydana gelen mikrosızıntının elimine edilemediği belirtilmiştir (Huang ve ark 2002) ve bu durum sekonder çürük için elverişli bir ortam oluşturmaktadır. Böylece restoratif materyallerin antibakteriyel özellik sergilemelerinin geride kalan bakteriler ve bakteriyel sızıntıya karşı ne kadar faydalı olduğu ortaya çıkmaktadır (Imazato ve ark 2006, Bürgers ve ark 2009). Bu amaçla, komşu diş ve ilgili dişte restorasyon altında çürük gelişimini önlemek için ve restorasyonun ağızda kalma süresinin artırılması için bir yöntem olarak, antibakteriyel veya bakterisidal ajanlar kompozit ve bonding ajanlara eklenmiştir (Imazato ve ark 2003, Aydın Sevinç ve Hanley 2010).

Antibakteriyel kompozit rezinlerin hazırlanması için geleneksel yöntem zamanla salınan düşük molekül ağırlıklı antibiyotik, gümüş iyonları, iyodin ve kuaterner amonyum bileşikleri gibi antibakteriyel ajanların kompozite doyurulması şeklindedir (Jedrychowski ve ark 1983, Yoshida ve ark 1999, Yudovin-Farber ve ark 2008). Bu durumda materyal antibakteriyel ajanın salınması yoluyla etki göstermektedir (Imazato ve ark 1994). Bu doğrultuda kompozit rezine klorheksidin eklenmiş ve mikrobiyal büyümenin inhibisyonunda oldukça etkili bulunmuştur. Ancak bu antimikrobiyal ajanın yüksek çözünülürlüğü nedeniyle etkisinin kısa süreli olduğu bildirilmiştir (Ribeiro and Ericson 1991, Imazato ve ark 1994, 2003). Ayrıca bu şekilde salınım gösteren klorheksidin ve diğer ajanların kompozitin yapısal

özelliklerini zayıflatacak boşluklar oluşmasına neden olabileceği belirtilmiştir (Jedrychowski ve ark 1983, Imazato ve ark 2003).

Gümüşün *S. mutans* ve periodontal patojenler üzerinde etkili olması nedeniyle dental restorasyonlarda kullanılabileceği belirtilmiştir (Bürgers ve ark 2009). Kompozit rezinlere gümüş ilavesi doldurucunun içine ya da doldurucunun yerini alacak şekilde farklı yöntemlerle gerçekleştirilebilmektedir (Imazato ve ark 2003). Gümüş iyonları ile modifiye edilmiş doldurucu içeren kompozit rezinde iyon salınımı yoluyla oral streptokoklara karşı antibakteriyel etkinlik gösterilmiştir (Yamamoto ve ark 1996). Bununla birlikte gümüş destekli kompozitlerde karşılaşılan problemler mekanik dayanıklılığın etkilenmesi, etki süresinin yönteme bağlı olarak değişmesi ya da kötü renk stabilitesi olarak sıralanabilmektedir (Imazato ve ark 2003, Syafiuddin ve ark 1993, 1995, 1997). Bu nedenlerle materyalin klinik olarak kabul edilebilirliğinin azaldığı bildirilmiştir (Imazato ve ark 2003).

Düşük molekül ağırlıklı antimikrobiyal ajanların rezidüel toksik etkilerinin çevre dolular için tehlike arz etmesi, difüzyon hızının kontrol edilememesine bağlı olarak kısa etki süreleri, materyalden ajan salınımı yoluyla antibakteriyel etki elde edilen bu yöntemin eksiklikleridir (Addy ve Handley 1981, Beyth ve ark 2008, Yudovin-Farber ve ark 2008). Diğer bir dezavantajı ise kompozitin antimikrobiyal ajan serbestleştirmesi sonucu mekanik özelliklerinin olumsuz etkilenmesidir (Marks ve ark 1976, Beyth ve ark 2006, 2008, Yudovin-Farber ve ark 2008).

Bu olumsuzluklarla karşılaşmamak amacıyla materyalden salınmayan ve rezin yapıya katılan antibakteriyel monomer MDPB (methacryloyloxydodecyl pyridinium bromide) kompozite eklenmiştir (Imazato ve ark 1994). Böylece materyalden ajan salınmaksızın antibakteriyel etki elde edilmiş ve mekanik özelliklerde zayıflama görülmemiştir (Imazato ve ark 1992, 1994, 1995). Bununla birlikte ağız ortamında pellikıl tabakası ve protein varlığı sonucunda MDPB'nin etkinliğinin azalabileceği bildirilmiştir (Imazato ve ark 1994). Ek olarak MDPB eklenen kompozitin antibakteriyel etkinliğinin antimikrobiyal ajan salınımı yapan yöntemlere göre sınırlı olması bu konuda yeni materyal arayışlarına neden olmuştur.

Bu konuda bir başka güncel yaklaşım çeşitli nanopartiküllerin farklı yöntemlerle kompozit rezinlere eklenmesi şeklindedir.

1.4. Nanoteknoloji ve Diş Hekimliği

Nanometre, 1 metrenin milyarda biri ölçüsünde bir uzunluktur ve yaklaşık olarak ard arda dizilmiş 5 ila 10 atom boyutunu ifade etmektedir (Tevfik 2005).

Nanoteknoloji kavram olarak ilk kez Dr. R. Philips Feynman tarafından 1959 yılında gündeme getirilmiş ve o zamandan günümüze kadar pek çok dalda hızla artan bir kullanım alanı bulmuştur. Nanoteknolojinin gelişmesinde materyalleri nano boyutlarda gözlemlemeyi sağlayan görüntüleme tekniklerinin kullanılabilmesi önemli bir aşama olmuştur. Bunlardan en önemlileri Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM), Taramalı Tünellemeli Mikroskop (STM) ve Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)'dur (Çıracı ve Oral 2005).

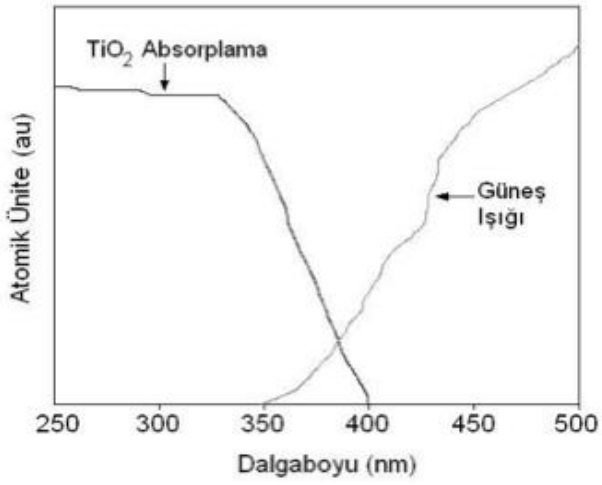
Nano ölçekteki malzemeler, malzemenin moleküler haldeki özelliklerinden çok farklı olan yeni özelliklere sahiptirler. Nanomalzemeler kütlesel halde bulunan malzemelerle kıyaslandığında toplam hacimlerine göre çok daha yüksek oranda yüzey alanına sahiptirler. Geniş yüzey alanı elementlerin ve nanoparçacıkların birbirleriyle olan etkileşimini etkilemektedir. Aşırı derecede küçük boyutlara sahip bu yapılarda, çevremizdeki nesneler için geçerli olan fiziksel ve kimyasal yasalar geçerli değildir ve daha büyük boyutlarına göre oldukça farklı elektriksel, mekanik, optik ve manyetik özellikler görülmektedir (Singh ve ark 2006, Yalçın 2010). Bu şekilde atomik ve moleküler boyutlardaki (1-100 nm) fonksiyonel materyallerin, aletlerin, sistemlerin üretilmesini konu alan bilim dalı 'nanoteknoloji' olarak isimlendirilmektedir (Singh ve ark 2006).

Günümüzde nanoteknolojinin sağlık ile ilgili kullanım alanları ilaçların taşınması, biyomateryallerin oluşturulması, *in vivo* görüntüleme, *in vitro* tanı, aktif implantların oluşturulması ve hastalıkların tedavisi olmak üzere çeşitli başlıklar altında toplanabilmektedir (Suri ve ark 2007, Abamor 2010). Son yıllarda nanopartiküllerden mikrobiyoloji alanında da yararlanılmaya başlanmıştır. Yapılan çalışmalarda nanopartiküllerin pek çok bakteri türü ve diğer hücre modelleri üzerinde antimikrobiyal özellik gösterdikleri ortaya çıkmıştır. Ayrıca nanopartiküllerin mevcut antibiyotiklere karşı dirençli olan bakteriler üzerinde de etkili olması enfeksiyonlarla mücadele konusunda ümit verici bir gelişme olarak nitelendirilmektedir (Abamor 2010).

Hastalıkların tanı ve tedavisinde kullanılmak üzere nanopartiküller ve nano cihazlar; quantum dotlar, nano kabuklar, nano küreler, metal nanopartiküller, paramanyetik nanopartiküller ve karbon nanotüpler araştırılmaktadır (Abamor 2010). Metal nanopartiküllerinin en önemli avantajları boyutları ile kıyaslandığında oldukça geniş olan yüzey alanları ve sahip oldukları eşsiz özelliklerdir. Bunun haricinde düşük maliyetli olmaları, kullanımlarının kolay olması ve oldukça kararlı olmaları metal nanopartiküllerinin diğer avantajlarını oluşturmaktadır (Shrivastava ve ark 2007). Metal oksit nanopartiküllerinin antimikrobiyal etki gösterdikleri bilinse de enfeksiyon yapıcı ajanlar üzerinde en büyük etkinin gümüş ve çok iyi bir fotokatalist olarak bilinen titanyum dioksit (TiO_2) nanopartikülleri tarafından elde edildiği gözlenmiştir (Abamor 2010).

1.4.1. TiO_2 Nanopartiküllerinin Genel Özellikleri

TiO_2 en çok bilinen titanyum bileşiğidir. Anataz ve rutil gibi doğal formlarda bulunabilen TiO_2 nanopartikülleri yanıcı olmayan, tatsız beyaz bir toz halinde bulunmaktadır. Mikro boyutlarda hayvanlar ve insanlar için toksik olmayan TiO_2, kimyasal olarak stabildir ve üstün verimlilikte fotokatalitik etkiye sahiptir (Yang ve ark 2001, Zang ve Gao 2001, Abamor 2010). İçindeki kristal yapısına bağlı olarak yakın UV bölgede soğurma yapan TiO_2'in soğurma spektrumuna bakıldığında güneş ışığının % 5'i dolaylarında bir kısmında soğurma yaptığı görülmektedir (Şekil 1).

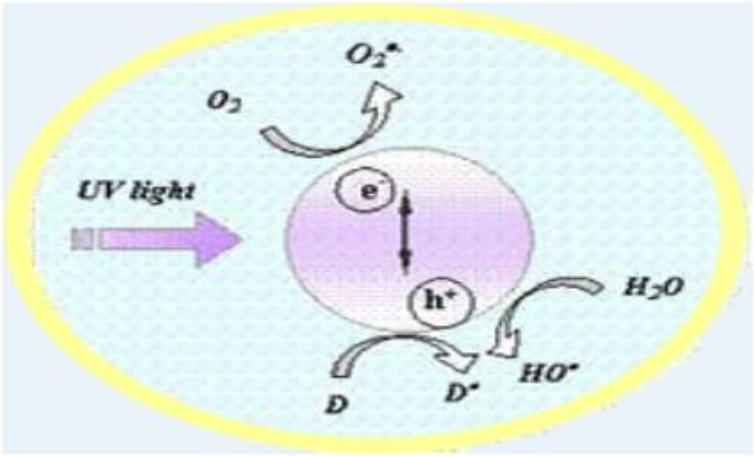


Şekil 1. Anataz TiO_2'in soğurma spektrumu ve güneş ışığının spektral dağılımı (Kuş 2006).

Yüksek oranda fotokatalitik etki gösteren TiO_2 nanopartiküllerinin üretiminin oldukça kolay ve ucuz olması, fiziksel ve kimyasal kararlılığı, elektronik ve optik özellikleri TiO_2'i diğer metal oksit fotokatalistlere oranla ön plana çıkarmaktadır. Günümüzde TiO_2, boyalardan yiyecek renklendiricilerine, kozmetik ürünlerden ilaçlara kadar endüstrinin pek çok alanında kullanılmaktadır (Abamor 2010).

1.4.2. TiO_2 Nanopartiküllerinin Etki Mekanizmaları

Son yıllarda tıp ve mikrobiyoloji alanında en çok kullanılan metal nanopartiküllerden birisi TiO_2'tir. Mikro boyutlarda biyolojik açıdan inert ve non-toksik olarak bilinen TiO_2, diğer nanopartiküllerden farklı olarak UV ile ışınlanmasının ardından fotokatalitik özellik kazanmaktadır (Abamor 2010). TiO_2 nanopartiküllerinin 385 nm'den daha düşük dalga boyuna sahip olan ultraviyole ışık altında ışınlanması sonucunda oldukça reaktif olan hidroksil radikallerinin ve süper oksit radikallerinin yanı sıra hidrojen peroksit ve singlet oksijen meydana gelmektedir (Şekil 2) (Fujishima ve ark 1999).



Şekil 2. TiO_2 nanopartiküllerinden UV ışık altında serbest radikallerin oluşma prosesi (Abamor 2010)

TiO_2' nin UV ışık altında organik maddeleri parçalama özelliğinin dışında bir başka özelliği de antibakteriyel etkiye sahip olmasıdır. Matsunaga ve ark (1985), TiO_2-Pt katalistlerinin UV ışık altında su içerisindeki mikrobiyal hücreleri 1 ila 2 saat arasında değişen sürelerde öldürdüğünü göstererek bu konudaki ilk çalışmayı yapmışlardır.

Dental kompozitler için antimikrobiyal doldurucu ajanın beyaz ya da renksiz, çözünmeyen özellikte olmasının kompozitin ömrünü uzatacağı belirtilmiştir (Beyth ve ark 2007). Diş hekimliğinde de antibakteriyel özelliğinden faydalanmak ve mekanik özellikleri geliştirmek amacıyla restoratif materyallere TiO_2 ilavesi gündeme gelmiştir. Bu konuda yapılan bir çalışmada, TiO_2 nanopartikülleri ilave edilen rezin esaslı bağlayıcı ajanların antibakteriyel etkinlik gösterdiği, ayrıca nanopartikül ilavesinin bağlanma dayanımını etkilemediği belirtilmiştir (Welch ve ark 2010). TiO_2 eklenen dental kompozit materyallerin mekanik özelliklerinin değerlendirildiği bir çalışmada TiO_2 ilavesinin yüzey sertliği ve esneme dayanımını geliştirdiği bildirilmiştir (Xia ve ark 2008).

Materyallerin fiziksel özelliklerine incelenmesi amacıyla yüzey sertliği ve pürüzlülüğü, esneme dayanımı, aşınma dayanımı, su emilimi ve çözünürlüğü gibi mekanik özellikleri *in vitro* test yöntemleriyle test edilebilmektedir (Botsalı 2008).

1.2. Dental Kompozitlerin Mekanik Özelliklerinin Belirlenmesi

1.2.1. Yüzey Sertliği Testi

Yüzey sertliği ölçümü malzemelerin mekanik özelliklerinin belirlenmesi için sıklıkla kullanılan yöntemlerden biridir. Genel olarak sertlik, statik veya dinamik yükleme koşulları altında sürtünmeye, çizilmeye, kesilmeye veya plastik deformasyona karsı direnç olarak ifade edilebilmektedir. Diğer testlerden farklı olarak, elde edilen sonuçlar direkt kullanılmak yerine genelde mukayese amacıyla kullanılmaktadır. Dental bir materyalin aşınma ve çizilmeye yatkın olması, restorasyonun olası klinik başarısızlığını akla getirmektedir (Ulusoy ve ark 1998).

Materyalin sertliğinin belirlenmesinde kullanılan yöntemler ölçüm prensibine göre farklılık göstermektedir. Bu amaçla kullanılan test yöntemlerinden bazıları Rockwell, Vicker's, Knoop, Mohs, Brinell, ve Shore sertlik ölçme yöntemleri şeklinde sıralanabilmektedir (Zaimoğlu 1985, Güleç ve Aran 1988, Dabanoğlu ve Yücel 2003, Poskus ve ark 2004, Taşveren 2005). Hangi sertlik testinin uygulanacağı beklenen sertlik değerine ve materyalin cinsine bağlı olarak belirlenir. Bu yöntemlerin ortak çalışma prensibi, kuvvetin materyale simetrik şekilli bir işaretleyici uçla uygulanması ve bu ucun penetrasyon miktarının belirlenmesi şeklindedir. Çeşitli sertlik testleri arasındaki farkı oluşturan parametreler; işaretleyici

ucun imal edildiği maddenin cinsi, bu ucun geometrisi ve yüklenen ağırlıktır. İşaretleyici uç çelik, tungsten karbit veya elmas gibi maddelerden yapılabileceği gibi küre, koni veya piramit şeklinde farklı geometrilere sahip olabilmektedir. Yüklenen ağırlıklar ise 50-100 gr'dan 3000 kg'a kadar geniş bir aralığı içine almaktadır (Zaimoğlu ve ark 1993, O'Brien 1997, Craig 2000, Ateş 2002, Dabanoğlu ve Yücel 2003).

Sertlik testinde yükü uygulayan ucun şekline göre materyal yüzeyinde simetrik bir iz oluşmaktadır. Bu izin derinliği ve genişliği mikroskop altında ölçülerek okunan değer, test yöntemine ait spesifik tablodaki uygun karşılığı bulunarak sertlik birimine çevrilmektedir (Zaimoğlu ve ark 1993, O'Brien 1997, Craig 2000, Ateş 2002). Diş hekimliğinde kullanılan restoratif materyallerin yüzey sertliklerinin ölçülmesinde sıklıkla Vicker's sertlik testi kullanılmaktadır (Poskus ve ark 2004).

Vickers sertlik ölçüm yöntemi, piramit seklinde elmas bir ucun belirli bir yük altında materyale uygulanması ve yük kaldırıldıktan sonra meydana gelen izin köşegenlerinin ölçülmesi mantığına dayanmaktadır (Güleç ve Aran 1988). Vicker's sertlik değeri, uygulanan yük biriminin, yüzeyde oluşturduğu çökme alanına bölünmesiyle hesaplanmaktadır (Zaimoğlu ve ark 1993, OBrien 1997, Craig 2000, Ateş 2002).

1.2.2. Yüzey Pürüzlülüğü Testi

Diş hekimliğinde yapılan restorasyonlarda yüzey düzgünlüğünün sağlanması ağız sağlığı ve estetik gereksinimler için oldukça önemlidir. Bitirme ve cila işlemlerinin temel amacı restorasyona iyi bir kontur, iyi bir okluzyon, sağlıklı bir embraşur ve düzgün bir yüzey kazandırmaktır (Türkün ve Türkün 2004, Heintze ve ark 2006). Ayrıca yüzeyin düzgün olması sürtünme katsayısını azalttığından sonrasında oluşabilecek aşınmayı da azaltarak klinik performansın artabileceği bildirilmiştir (Jager ve ark 2000). Bunun yanında pürüzlü yüzeyler kırılmaya daha eğilimli olduklarından yüzey düzgünlüğünün sağlanması ile kırılma riskinin de azalabileceği rapor edilmiştir (Drummond ve ark 1992).

Yüzey pürüzlülüğü ölçümlerinde optik veya mekanik sensörlere sahip cihazlar kullanılabilmektedir. Bu amaçla kullanılan mekanik profilometreler iki

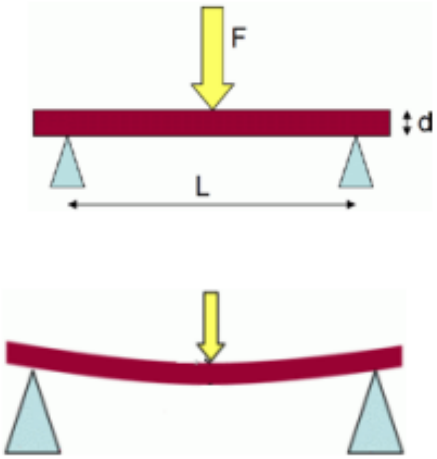
boyutlu ölçüm yapmaktadırlar ve örnek yüzeyi üzerinde sabit doğrusal bir mesafede, boyutları belirli elmas bir uç yardımıyla yüzeyin taranması prensibiyle çalışmaktadırlar. Sensör, x ekseni boyunca hareket etmekte ve dikey eksendeki yükseklik farklarını makinenin dönüştürüm sistemini referans alarak hesaplamaktadır. Yüzey pürüzlülüğü çoğunlukla aritmetik ortalama pürüzlülük (Ra) olarak ifade edilmektedir (İnan ve ark 2008).

1.2.3. Esneme Dayanımı Testi

Restoratif rezin materyallerin fiziksel özelliklerinin belirlenmesinde kullanılan yöntemlerden biri de esneme dayanımıdır ve üç nokta bükmeme testi ile ölçülmektedir. Bu test iki ucundan desteklenen çubuk şeklindeki örneğe statik bir yükün uygulanmasıyla gerçekleştirilmektedir (Şekil 3). Esneme dayanımı (σ) hesaplanırken aşağıdaki formül kullanılmaktadır.

$$\sigma=3FL/2bh^2$$

Bu formülde L destek noktalar arası mesafeyi (mm), b örnek genişliğini (mm), h örnek yüksekliğini (mm), F ise kırılma anındaki maksimum yük miktarını (N) göstermektedir (Attar ve Çiftçi 2006, ISO 4049:2009).



Şekil 3. Esneme dayanımı testinin şematik görüntüsü

Birim alan başına uygulanan kuvvet sonucu oluşan gerilimin birimi için genel olarak mega paskal (MPa) kullanılmaktadır. Esneme dayanımı testi bir anlamda

çekme, basma ve makaslama gerilimlerinin aynı anda ölçülmesi anlamına gelmektedir (Anusavice 2003, Erdem 2011).

Elastisite Modülü (Young Modülü)

Elastisite modülü bir materyalin sertliği veya bükülmezliği olarak tanımlanır. Yerleştirilen kompozit rezinin büzülmesi esnasında görülen stresler 'young modülü' veya 'elastisite modülü' olarak bilinen, kompozitin sertliği ile doğrudan ilişkilidir (Feilzer ve ark 1990).

Elastisite modülü ISO standardı 4049'a göre belirlenmektedir ve birimi gigapaskal (GPa)'dır. Elastisite modülü, üç nokta eğilme testi ile elde edilen gerilme uzama eğrisinin eğimi kullanılarak hesaplanmaktadır (Anusavice 2003, Attar ve Çiftçi 2006). Bu bakımdan bir gerilme ne kadar küçük gerinime karşılık geliyorsa elastisite modülünün değeri o kadar büyük olmaktadır.

1.2.4. Su Emilimi ve Suda Çözünürlük Testi

Su emilimi, materyalin bulunduğu ortamdan yapısına aldığı toplam su miktarı demektir. Restoratif materyaller yapılarına su emerek hidroskopik genleşme gösterirler. Bu genleşme ile materyalde hem hacimsel bir büyüme hem de ağırlık artışı meydana gelmektedir (Toledano ve ark 2003). Dental materyaller için su emilimi suya bırakıldıktan sonra kazandığı ağırlık ile ifade edilmektedir (Lee ve Orlowski 1974).

Su emilimi testinde, disk şeklinde hazırlanan örnekler içeriklerindeki suyun tamamen buharlaştırılması için 37^{o}C'de 24 saat boyunca desikatörde kurutulmaktadır. Daha sonra kuru ağırlıkları hassas terazide ölçülerek sabit kütle ağırlıkları miligram (mg) cinsinden kaydedilmekte ve "M_1" olarak adlandırılmaktadır. Ardından 24 saat distile su içerisinde bekletilen örneklerin ağırlıkları tekrar ölçülmekte ve bu değerler "M_2" olarak kaydedilmektedir. Sabit kütle ağırlıklarını tekrar kazanmaları için desikatörde 24 saat boyunca yeniden bekletilen örnekler, bir kez daha tartılmakta ve ağırlıkları "M_3" olarak kaydedilmektedir. Örneklerin hacimleri milimetreküp (mm^3) cinsinden hesaplandıktan sonra su emilimi ve suda çözünürlük değerleri hesaplanmaktadır.

Yüzey sertliği ve pürüzlülüğü, esneme dayanımı, su emilimi gibi birtakım test yöntemleri materyallerin fiziksel özellikleri hakkında fikir verirken, kenar sızıntısı, bağlanma dayanımı gibi testler ise materyallerin hem fiziksel özellikleri hem de klinik başarıları hakkında yorum yapılmasına imkân sağlamaktadır. Bağlanma dayanımını belirlemek için yapılan *in vitro* testler, uzun süren ve maliyeti yüksek klinik çalışmalar öncesinde bağlanmanın etkinliği hakkında ön fikir vermesi amacıyla tercih edilmektedirler. Yeni geliştirilen materyallerin mine ve dentine bağlanma dayanımlarını ölçmek için kullanılan testlerden biri de mikrogerilme bağlanma dayanımıdır (Kama 2000, Braga ve ark 2010, Tagami ve ark 2010).

1.2.5. Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Testi

Bir restoratif materyalin diş dokularına bağlanma dayanımı, diş-restorasyon ara yüzeyindeki birim yüzey alanına düşen kuvvet olarak ifade edilmektedir (Qilo 1993). Diş sert dokuları ile restoratif materyal arasındaki bağlantının gücünün öğrenilmesine yönelik bu testler, dental materyallerin, bonding sistemlerin ve restoratif tekniklerin klinik başarılarının yorumlanmasına ve fiziksel özelliklerinin geliştirilmesine katkı sağlamayı hedeflemektedir (Botsalı 2008).

Mikro gerilme test yönteminde restoratif materyalin diş yüzeyine uygulanmasını takiben özel bir kesit cihazıyla diş-restoratif materyal bağlantısını içeren çubuk şeklinde standart örnekler hazırlanmaktadır. Bu örnekler test cihazına tutturularak kopma sağlanana kadar gerilme kuvveti uygulanmaktadır (Van Noort ve ark 1989, Sano ve ark 1994, Pashley ve ark 1995, Sudsangiam ve Van Noort 1999). Elde edilen Newton (N) cinsinden değerler, diş-restoratif bağlantı ara yüzeyine (mm^2) bölünerek megapaskala (MPa) dönüştürülmektedir.

Dental restoratif materyallerin antibakteriyel etkinlikleri ise genellikle Agar Difüzyon Testi (ADT) kullanılarak değerlendirilmektedir. Bu yöntemde test edilecek materyaller katılaşmış agar üzerine açılan standart çukurlara doldurulmakta veya emici kağıt disk ya da kağıt plaklar üzerine yayılmış olan patlar agar üzerine yerleştirilmektedir. Diğer bir şekilde ise ortası boş paslanmaz çelik tüpler içine yerleştirilen materyaller agar üzerine oturtularak etrafında oluşan inhibisyon zonlarının çapı ölçülmektedir (Tekeli 2005). Fakat ADT yöntemindeki kısıtlamalar ve teknolojideki gelişmeler ile birlikte farklı yöntem arayışları devam etmiştir (Weiss ve ark 1996).

Weiss tarafından tanıtılan Direkt Kontakt Testi (DKT) akışkan olmayan materyallerin antibakteriyel aktivitesini değerlendirmek için tasarlanmıştır (Weiss ve ark 1996). Bu test yöntemi bakteri büyümesinde etkili olduğu düşünülen materyaller ile bakteriler arasındaki fiziksel kontağın etkisini ölçmeye yaramaktadır (Lewinstein ve ark 2005).

1.2.6. Direkt Kontakt Testi (DKT)

DKT yönteminde bakteri ile test örneklerinin kontrollü zaman periyodunda direkt kontakta olması sağlanmaktadır. Weiss ve ark (1996) tarafından tarif edilen yönteme göre test edilecek materyal ile kaplanan 96 kuyucuklu ELISA plakları 10 µl bakteriyal süspansiyon ile 1 saat 37 ºC nemli atmosferde inkübe edilmektedir. Böylece süspansiyonun sıvı kısmının buharlaşması sonucu bakteriler ile materyal arasında direkt temas sağlanmaktadır. Daha sonra test düzeneğine besiyeri eklenerek bakteri gelişim kinetiği spektrofotometrede optik densitometre açısından değerlendirilmektedir (Weiss ve ark 1996).

1.2.7. SEM İle Yüzey İncelemesi

Diş hekimliğinde yüzey incelemesi için ışık mikroskobu, yüzeyin daha ayrıntılı görüntüsü için ise SEM kullanılabilmektedir. SEM'de görüntü alma işlemi yüksek hızlarda hızlandırılan elektronların incelenecek örnek üzerine gönderilmesi ve örnek tarafından saçılması esasına dayanmaktadır. Elektron akışının sürekli olması için incelenecek cismin iletken hale getirilmesi gerekmektedir. Bunun için cisim 20-1000 nm kalınlıkta Altın (Au) ve Palladyum (Pd) ile kaplanmaktadır (Ergün ve Yenisey 2006). SEM analizi yüzeyin sadece morfolojik özellikleri hakkında detaylı bilgiye ulaşmamızı sağlamakta, kimyasal yapı hakkında ise bilgi vermemektedir (Ergün ve Yenisey 2006).

Bu tez projesi ile deneysel olarak hazırlanan kompozit rezinlere TiO_2 nanopartikül ilave edilmesi ve elde edilen kompozitlerin antibakteriyel etkinliklerinin ve mekanik özelliklerinin araştırılması amaçlanmıştır.

2. GEREÇ VE YÖNTEM

Bu tez çalışması 2 bölümden oluşmaktadır. Çalışmanın birinci bölümü deneysel olarak hazırlanan kompozit rezine TiO_2 nanopartikül ilave edilmesi ve elde edilen kompozitin antibakteriyel etkinliğinin araştırılmasıdır. İkinci bölümü hazırlanan deneysel kompozitin mekanik özelliklerinin test edilmesi ve yüzey özelliklerinin Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile incelenmesidir.

Çalışma, S.Ü. Diş Hekimliği Fakültesi Etik Kurulu'nun onayı alınarak (13.04.2011 Tarih ve 9/22 sayılı karar) yürütülmüştür.

2.1. Deneysel Kompozit Rezinin Hazırlanmasında Kullanılan Kimyasal Maddeler

Bu tez çalışmasında hazırlanan deneysel kompozit rezin, organik matriks, inorganik doldurucu, bağlayıcı ve yardımcı ajanlardan oluşmaktadır. Aşağıdaki çizelgede deneysel kompozit rezin hazırlanırken kullanılan kimyasal maddeler ve üretici firmaları görülmektedir (Çizelge 2.1).

Çizelge 2.1. Kullanılan materyaller

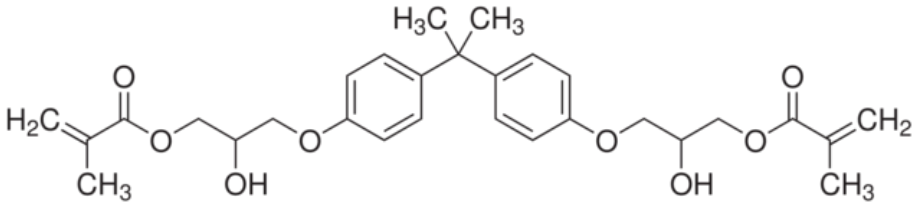
Materyal	Kimyasal yapı	Üretici firma	Ürün kodu
Bis-GMA	Bisphenol A glycerolate dimethacrylate glycerol/phenol	Sigma-Aldrich	494356
TEGDMA	Triethylene glycol dimethacrylate	Sigma-Aldrich	261548
Silanize cam	%3 silanize baryum cam (1,2 μm)	Schott	8235
CQ	Camphorquinone, 2,3-Bornanedione	Sigma-Aldrich	124893
DMEMA	2-(dimetilamino)etil metakrilat	Sigma-Aldrich	234907
BHT	Butylated hydroxytoluene	Sigma-Aldrich	W218405
TiO_2	Titanyum dioksit	Evonik(Degussa)	13463-67-7
Al_2O_3	Aluminum oxide	Sigma-Aldrich	STBB3427

2.1.1. Organik matriks fazını oluşturan kimyasal maddeler

Deneysel kompozitlerin organik matriks kısmında dental kompozitlerde en çok kullanılan monomer kombinasyonu olan BisGMA/TEGDMA kombinasyonu tercih edildi (Arcis 2002, Gönülol 2009). BisGMA/TEGDMA oranı % 60/40 olarak belirlendi (Yu ve ark 2009).

Bis-GMA

Bu çalışmada deneysel kompozit hazırlanırken temel monomer olarak Bis-GMA kullanıldı (Şekil 1.1) (Resim 1.1).



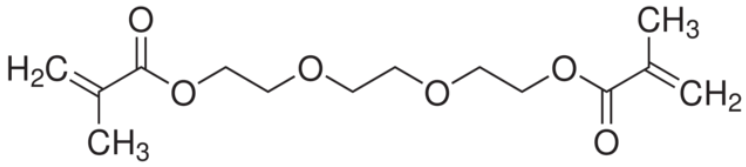
Şekil 1.1. Bis-GMA'nın kimyasal formülü



Resim 1.1. Bis-GMA

TEGDMA

Bu çalışmada viskozite kontrol edici monomer olarak TEDGMA kullanıldı (Şekil 1.2) (Resim 1.2).



Şekil 1.2. TEGDMA'nın kimyasal formülü



Resim 1.2. TEGDMA

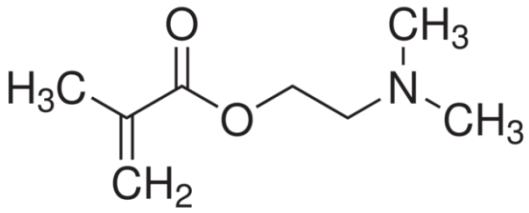
Çalışmada kullanılan monomerlerin başlıca fiziksel ve kimyasal özellikleri aşağıdaki çizelgede verilmiştir (Çizelge 2.2).

Çizelge 2.2. Bis-GMA ve TEGDMA'nın başlıca fiziksel ve kimyasal özellikleri (Charton ve ark 2007).

Monomer	**Viskozite (Pa-s)**	**Çift bağ sayısı mol/kg**	**Molekül ağırlığı g/mol**	**Maksimum büzülme stresi MPa**
Bis-GMA	1188	3,90	512,6	0,3
TEGDMA	0,01	6,99	286,3	14,2

2-(dimetilamino) Etil Metakrilat (DMEMA)

Kamforokinon tarafından başlatılan reaksiyonu hızlandırmak amacıyla karbon çift bağları içeren ve moleküler ağırlığı 157,21 olan organik amin (2-(dimetilamino) etil metakrilat (DMEMA)) kullanıldı (Şekil 1.3) (Resim 1.3).



Şekil 1.3. 2-(dimetilamino) etil metakrilat (DMEMA)'ın kimyasal formülü



Resim 1.3. DMEMA

2.1.2. İnorganik fazı oluşturan kimyasal maddeler

İnorganik doldurucu partikül

İnorganik doldurucu partikül olarak 1,2 μm boyutundaki % 3 silanize baryum cam kullanıldı (Yu ve ark 2009) (Resim 1.4). Malzemenin teknik özellikleri aşağıdaki çizelgede verilmiştir (Çizelge 2.3). Hazırlanan deneysel kompozitin rezin/inorganik partikül oranı ağırlık olarak 1/3 olacak şekilde belirlendi (Yoshida ve ark 1999).



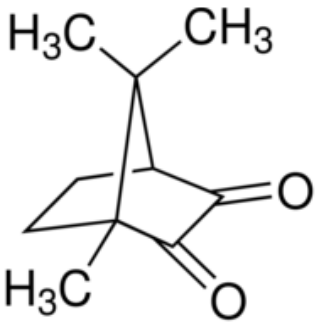
Resim 1.4. Silanize Baryum Cam

Çizelge 2.3. Kompozit hazırlarken kullanılan baryum camın özellikleri

Baryum cam		
Genleşme katsayısı (-30/+70)	10^{-6}/K	5
Kırılma indeksi n_d		1.55
Yoğunluk	g/cm^3	3.0
Dönüşüm sıcaklığı (ISO 7884-8)	^oC	680
Radyoopasite (acc.ISO 4049) (2mm kalınlığında cam malzemeye eşit alüminyum kalınlığının radyoopasitesi)	mm	4.8 (%240)
Hidrolitik direnç (DIN ISO 719)		Class 1
İçerik (yaklaşık değerler) (ağırlık - %)	SiO_2	50
	BaO	30
	B_2O_3	10
	Al_2O_3	10
	F	-
Young modülü	GPa	75

Kamforokinon (CQ)

Deneysel kompozit rezinin hazırlanmasında polimerizasyon başlatıcı olarak moleküler ağırlığı 166,22 olan ve 400-500 nm dalga boyu aralığında duyarlı olan CQ kullanıldı (Şekil 1.4) (Resim 1.5).



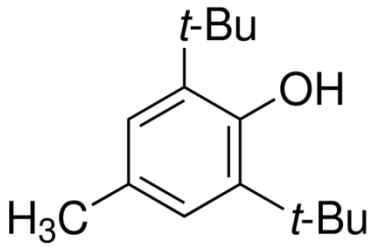
Şekil 1.4. Kamforokinonun kimyasal formülü



Resim 1.5. Kamforokinon (CQ)

Bütilat Hidroksitoluen (BHT)

Bu çalışmada, hem saklama hem de çalışma sırasında kompozitin kendiliğinden polimerizasyonunu engellemek için inhibitör olarak BHT kullanıldı (Yu ve ark 2009) (Şekil 1.5) (Resim 1.6).



Şekil 1.5. Bütilat hidroksitoluen (BHT)



Resim 1.6. BHT

Titanyum Dioksit (TiO_2)

Bu çalışmada deneysel olarak hazırlanan kompozit rezinlere fotokatalitik olarak aktif ve ortalama partikül boyutu 20 nm olan TiO_2 (P25) nanopartikülleri ilave edildi (Resim 1.7). Kullanılan TiO_2'in fiziko-kimyasal özellikleri aşağıdaki çizelgede verilmiştir (Çizelge 2.4).



Resim 1.7. TiO_2 (P25)

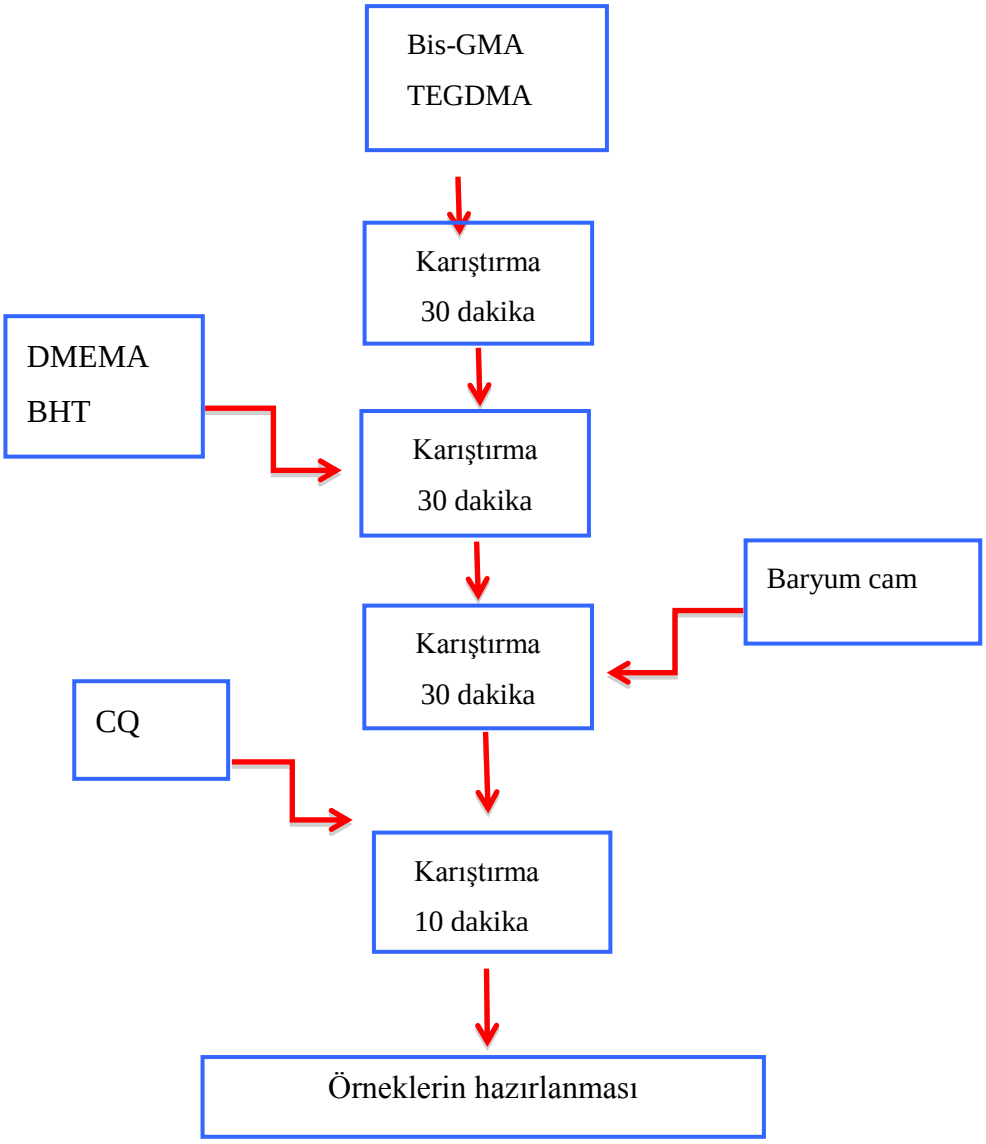
Çizelge 2.4. Titanyum dioksitin fiziksel ve kimyasal özellikleri

Özellik	**Birim**	**Değer**
Ortalama partikül boyutu	nm	21
Spesifik yüzey alanı (BET)	m^2/g	50 ± 15
Yoğunluk*	g/l	≅130
Nem* (105°C de 2 saat)	% wt.	≤ 1,5
pH (% 4'lük çözelti için)	% wt.	3,5 – 4,5
Titanyum dioksit	% wt.	≥ 99,50
Al_2O_3-içerik	% wt.	≤ 0,300
SiO_2-içerik	% wt.	≤ 0,200
Fe_2O_3-içerik	% wt.	≤ 0,010
HCl-içerik	% wt.	≤ 0,300
Elek kalıntısı	% wt.	≤ 0,050

* Veriler üretim parametrelerini temsil etmektedir.

2.2. Deneysel Kompozit Rezinin Hazırlanması

Deneysel kompozit rezinin hazırlanmasında izlenilen yol aşağıda şekilsel olarak verilmiştir (Şekil 2.1).



Şekil 2.1. Kompozit rezin üretimi için kullanılan deney basamakları

2.2.1. Kompozit rezinin hazırlanması

Kompozit rezinin organik matriks kısmı ağırlık olarak % 60 Bis-GMA, % 40 TEGDMA'dan oluşacak şekilde hazırlandı. Öncelikle temel monomer olan Bis-GMA istenmeyen erken bir polimerizasyonun önüne geçmek için koyu renkli cam şişelere alınarak tartıldı (Resim 2.1). Kompozit rezin hazırlanması sırasındaki tüm ağırlık ölçümleri hassas terazi (Precisa Gravimetrics AG, Switzerland) kullanılarak gerçekleştirildi (Resim 2.2)



Resim 2.1. Koyu renkli cam şişe



Resim 2.2. Hassas terazi

TEGDMA monomeri eklenmeden önce, içinde stabilizör olarak bulunan hidrokinonun uzaklaştırılması için alüminyum oksit (Al_2O_3) tozu içerisinden geçirildi (Resim 2.3). Bunun için cam enjektör içine bir miktar Al_2O_3 tozu koyuldu. Daha sonra üzerine bir miktar pamuk sıkıca yerleştirildikten sonra üstte boş kalan kısma TEGDMA eklendi. Yine camdan imal edilen itici kısım ile bastırılarak enjektörün ucundan sırasıyla pamuk ve Al_2O_3 tozu içerisinden geçen TEGDMA elde edilmiş oldu (Resim 2.4). Daha sonra Bis-GMA ve TEGDMA monomerleri 30 dakika düşük devirde dönen karıştırıcıda (160 rpm) karıştırıldı (Resim 2.5). Bunun için düşük devir aralığında çalışabilen (50-1400 rpm), orta viskozitedeki materyallerin karıştırılmasında kullanılabilen dijital göstergeli karıştırıcı kullanıldı (Overhead Stirrer, Jeio Tech, Co., Ltd.) (Resim 2.5). Daha sonra ağırlıkça % 0,35 oranında DMEMA hızlandırıcı olarak ve % 0,05 oranında BHT inhibitör olarak ilave edildi ve 30 dakika daha aynı hızda yukarıda adı geçen karıştırıcıda karıştırıldı (Resim 2.5).



Resim 2.3. Alüminyum oksit (Al_2O_3)



Resim 2.4. Cam enjektör



a



b

Resim 2.5. Likit kısmı karıştırmak için kullanılan karıştırıcı (a) ve ucu (b)

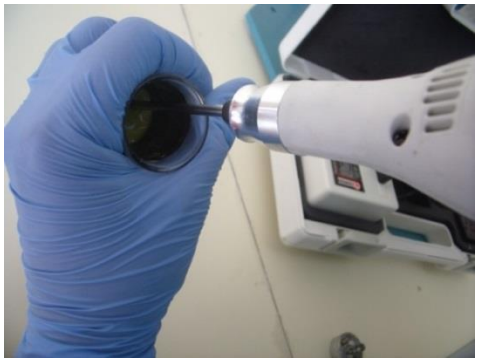
Kompozit rezinin inorganik doldurucu kısmı ağırlık olarak matriks/doldurucu oranı 1/3 olacak şekilde silanize edilmiş cam partikülleri eklenerek (ortalama partikül boyutu: 1,2 μm) hazırlandı. Bu aşamada yüksek devir aralığında çalışılabilen (3000-20.000 rpm) ve özel uçları ile küçük miktarlarda materyallerin karıştırılmasına izin veren bir karıştırıcı kullanıldı (Roti-Speed-Stirrer, Carl Roth, GmbH & Co., KG) (Resim 2.6 ve 2.7). Bu karıştırıcı ile 3000 rpm devirde 30 dakika karıştırılan kompozite son olarak ışıkla polimerizasyonu sağlayan CQ, % 0,7 oranında ilave edilerek 10 dakika daha yukarıda adı geçen karıştırıcıda yüksek hızda karıştırıldı (Resim 2.8). Bu işlemlerin ardından hazırlanan deneysel kompozit rezine nanopartikül olarak TiO2 ilavesi işlemine geçildi. Hazırlanan kompozit rezin tüm deney basamaklarında erken polimerizasyonun önlenmesi amacıyla siyah renkli şişelerde muhafaza edildi. Karıştırma işlemleri sırasında kompozitin ışık ile temas etmemesi için cam şişelere silikon ölçü materyali ile kapak hazırlandı. Daha sonra kapak üzerinde karıştırıcı ucun girebileceği kadar oluk açılarak karıştırma işlemleri bu şekilde gerçekleştirildi.



Resim 2.6. İnorganik doldurucular ilave edildikten sonra kullanılan karıştırıcı



Resim 2.7. Karıştırıcı uç



Resim 2.8. Son karıştırma işlemi

2.2.2. Sol-jel yöntemi ile TiO_2 ilavesi

Aşağıdaki çizelgede deneysel kompozit rezine nanopartikül eklenmesi işleminde kullanılan materyaller gösterilmektedir (Çizelge 2.1). Kompozit rezine TiO_2 nanopartikül eklenmesi işleminde sol-jel yöntemi kullanılmıştır.

Çizelge 2.1. Sol-jel yöntemi için kullanılan materyaller

Materyal	**Kimyasal yapı**	**Üretici firma**	**Ürün kodu**
TiO_2	AEROXIDE® TiO_2 P 25	Evonic Industries (eski ismi Degussa)	132843
Ti (İP)$_4$	Titanium(IV)isopropoxide	Sigma-Aldrich	ML 87560
Triton X100	Octylphenol ethylene oxide condensate	Merck	M108603
İzopropil alkol	2-Propanol Extra Pure (Iso-Propyl Alcohol)	Merck	100995
HNO_3	Nitric acid	Sigma-Aldrich	91110

Sol-jel yöntemi solüsyon ve jelleşme terimlerinin birleşmesiyle terminolojiye girmiş olup, bir çözeltinin hazırlanması, jelleşmesi ve çözücünün sistemden uzaklaştırılmasıyla cam, cam-seramik veya kompozit malzemeler üretilmesi yönteminin genel adıdır (Hench 1997).

Sol çözeltileri Zafer ve ark (2005)'nın tarifine göre hazırlandı. Bu yöntem için öncelikle ışık geçirmeyen şişelerde A ve B çözeltileri hazırlandı (Resim 2.9). Hazırlanan çözeltilerin içerikleri aşağıdaki çizelgelerde görülmektedir (Çizelge 2.2 ve Çizelge 2.3).

Çizelge 2.2. A çözeltisi

İzopropil alkol	12 gr
$Ti^{i}(PrO_3)_4$	2,65 gr
Triton X100	0,5 ml

Çizelge 2.3. B çözeltisi

İzopropil alkol	12 gr
HNO_3	1-2 damla
Distile su	0,3 ml



Resim 2.9. A ve B çözeltileri

A çözeltisi: 12 gr izopropil alkol ($(CH_3)2CHOH$) içerisinde 2,65 gr titanyum izopropoksit ($Ti^{i}(PrO_3)_4$)'in çözünmesi ile hazırlandı. Bu çözelti ultrasonik karıştırıcıda 10 dakika karıştırıldı (Zafer ve ark 2005). Bu karışımın üzerine 0,5 ml Triton X100 ilave edildi ve 10 dakika daha karıştırıldı.

B çözeltisi: 12 gr izopropil alkol ($(CH_3)2CHOH$), 1-2 damla nitrik asit (HNO_3) ve 0,3 ml su ile hazırlandı ve 10 dakika ultrasonik karıştırıcıda karıştırıldı.

B çözeltisi A çözeltisi üzerine iki çözelti eşit hacimde olacak şekilde damla damla ilave edilerek cam üzerinde karıştırıldı (Zafer ve ark 2005). Oluşan çözeltinin rengi beyaza dönüştüğünde toz haldeki TiO_2 (P25) nanopartikülleri sol-jel çözeltisine ara verilmeksizin karıştırılarak ilave edildi ve pasta şeklinde bir karışım elde edildi (Resim 2.10). Bu karışım daha önce hazırlanan deneysel kompozit rezinlere ağırlıkça % 0,1, % 0,25, % 0,5 ve % 1 oranlarında olacak şekilde ilave edildi.



Resim 2.10. TiO_2 kompozite eklenmeden önce

Bu tez çalışmasında deneysel kompozit rezinlere ilave edilecek TiO_2 nanopartikülleri ağırlık olarak % 0,1, % 0,25, % 0,5 ve % 1 oranlarında belirlenerek 4 deney grubu oluşturuldu. TiO_2 nanopartikül içermeyen grup kontrol grubu olarak belirlendi (Resim 2.11). Her konsantrasyon için 10 gr kompozit rezin hazırlanarak testler süresince siyah renkli şişeler içerisinde saklandı.



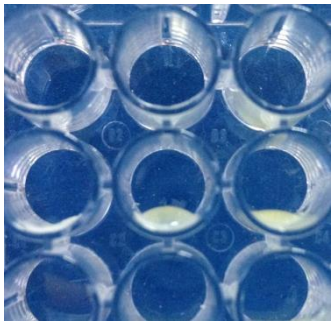
Resim 2.11. Hazırlanan deneysel kompozit rezinler

2.3. Deneysel Kompozit Rezinin Antibakteriyel Özelliğinin Değerlendirilmesi

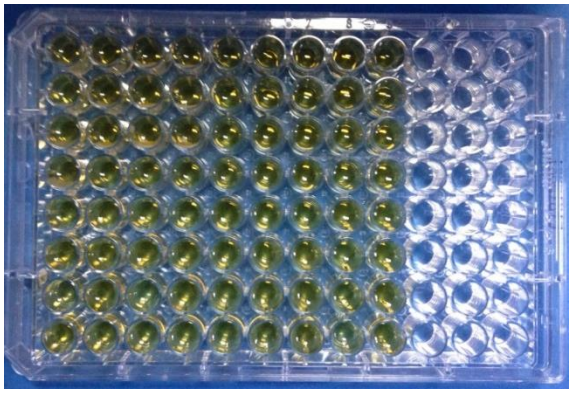
TiO_2 nanopartikülleri ilave edilerek hazırlanan kompozit rezin materyallerin antibakteriyel özelliğini değerlendirmek amacıyla çürük oluşumunda önemli rolü olan *Streptococcus mutans* (RSKK 676) ve *Lactobacillus casei* (RSKK 731) olmak üzere iki farklı bakteri kullanıldı. Hazırlanan deneysel kompozitlerin antibakteriyel etkinlikleri direkt kontak testi yöntemiyle değerlendirildi.

2.3.1. Direkt Kontakt Testi (DKT)

Direkt kontakt testi Weiss ve arkadaşlarının (1996) tarifine göre yapıldı. Bu amaçla 96 kuyucuklu steril ELISA plağındaki sekiz kuyucuğun birer duvarı hazırlanan rezin materyaller ile kaplandı. LED ışık kaynağı ile 40 sn ışınlanarak polimerizasyon tamamlandıktan sonra dikey duruma getirilen plaktaki test materyalleri üzerine mikropipet ile 10 µl Mc Farland standart 0,5 bakteriyel süspansiyonları eklendi (Resim 3.1). Bakteriyel süspansiyon likitinin buharlaşması için 37 °C de bir saat bekletildi. Bakteri ile direkt teması sağlanan test materyallerinin bulunduğu kuyucuklara mikropipet ile 245 µl Brain Hearth İnfuzyon (BHI) (Merck Darmstadt, Almanya) besiyeri eklendi ve 2 dakika karıştırıldı (Resim 3.2).



Resim 3.1. Bakteriyel süspansiyon eklenen plate



Resim 3.2. Direkt kontak testinde kullanılan plate

Pozitif kontrol grubu için duvarları herhangi bir materyalle kaplanmayan sekiz kuyucuğa 10 µl bakteri ekildi ve üzeri 220 µl BHI ile tamamlandı. Negatif kontrol grubu için diğer sekiz kuyucuğa sadece 230 µl BHI besiyeri eklendi. Bu prosedür her iki bakteri için aynı şekilde tekrarlandı.

Spektrofotometre, optik tekniğe dayalı olarak çalışan bir cihazdır. Bu cihaz, istenilen dalga boyuna sahip bir ışık oluşturmakta ve ışığı özel olarak hazırlanmış bir küvet içine konulmuş örnekten geçirerek, geçen ışığın şiddetini ölçmektedir. Yoğunluk algılayıcının algıladığı ışık miktarına göre Optik Dansite (OD) değeri elde edilmektedir (Temizkan ve Arda 2004).

Bu çalışmada bakteri gelişim kinetiği, toplamda 24 saat olmak üzere 3 saatte bir spektrofotometrede (µquant, Bio-Tek Instruments Inc., ABD) 630 nm dalga boyunda optik dansitometre açısından değerlendirildi (Resim 3.3). Elde edilen dansitometre değerleri kullanılarak antibakteriyel etkinlik değerlendirildi.



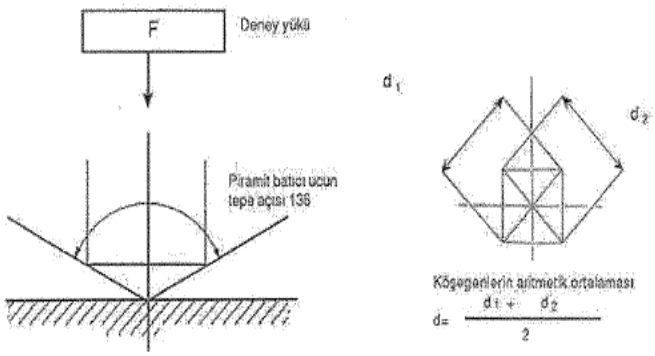
Resim 3.3. Spektrofotometre

2.4. Deneysel Kompozit Rezinin Mekanik Özelliklerin Belirlenmesi

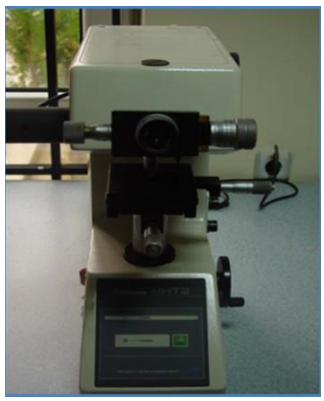
2.4.1. Yüzey Sertliği

Bu test Vicker's sertlik ölçüm cihazıyla (Matsuzawa Seiki Co. Ltd. MHTZ, Tokyo, Japan) gerçekleştirildi. Elde edilen deneysel kompozit rezinler daha önceden hazırlanmış 5 mm çapında 2 mm yüksekliğinde teflon kalıplara yerleştirildi. Daha sonra bu örnekler yüzeyin düzgün olması için iki siman camı arasında sıkıştırılarak her iki yüzeyden 40 sn olacak şekilde camın üzerinden LED ışık kaynağı ile ışınlandı. Polimerizasyonu tamamlanan örnekler 37°C su içinde bekletildi. Teflon kalıplar içindeki materyalin her iki yüzeyi 24 saat sonra polisaj diskleri (OptiDisc, Kerr) yardımıyla parlatıldı. Bütün örnekler 7 gün boyunca su içinde 37°C' de bekletildikten sonra oda sıcaklığında (23°C) 15 sn, 100 gr yük uygulanarak Vicker's sertlik ölçüm cihazında sertlik ölçümleri gerçekleştirildi (Resim 4.1). Örneklerin polisaj yapılan yüzeyinden bölgeler rastgele seçilerek toplam 3 ölçüm yapıldı ve ortalaması alındı. Elde edilen ölçümlere karşılık gelen sertlik değerleri Vicker's sertlik ölçüm cetveline göre kaydedildi. Vicker's sertlik hesabı aşağıdaki formül ile yapıldı. Aşağıdaki şekilde sertlik cihazının elmas ucunun şematik görünümü ve meydana getirdiği iz görülmektedir (Şekil 4.1).

$HSD = 1.854P/d^2$ P: Uygulanan yük (kg) d: Ortalama iz köşegeni (mm)



Şekil 4.1. Vicker's ölçüm metodunun genel şeması (Dural 2009)



Resim 4.1. Vicker's sertlik cihazı

2.4.2. Yüzey Pürüzlülüğü

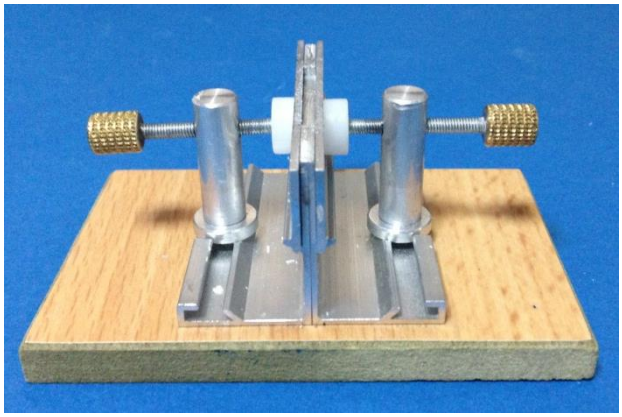
Deneysel kompozitlerin her bir grubu için 2 mm yüksekliğinde ve 8 mm çapında yuvarlak teflon kalıplar içerisinde şeffaf bant ve cam kullanılarak 10'ar adet örnek hazırlandı. Her numunenin sertleştirme işlemi için iki yüzeyden LED ışın cihazı 40 sn uygulandı. Daha sonra her bir örneğin test edilecek yüzeyi 600-1200 gritlik zımparalar ile su altında düzleştirildi. Örneklerin yüzeyi polisaj diskleri (OptiDisc, Kerr) ile parlatıldı. Örnekler test edilinceye kadar oda ısısında distile su içerisinde bekletildi. Yüzey pürüzlülüğü, profilometre cihazı (Mitutoyo, Japonya) (Resim 4.2) ile her örnek için farklı bölgelerden olacak şekilde üç kere ölçüldü. Ortalama ve standart sapma değerleri 'Ra' cinsinden kaydedildi. Ra parametresi bir yüzeyin baştanbaşa pürüzlülüğünü nitelemektedir ve belirli bir ölçüm aralığında çizilen bir hattın pürüzlülük profilinin aritmetik ortalama değeri olarak tarif edilmektedir.



Resim 4.2. Yüzey pürüzlülüğü ölçüm cihazı

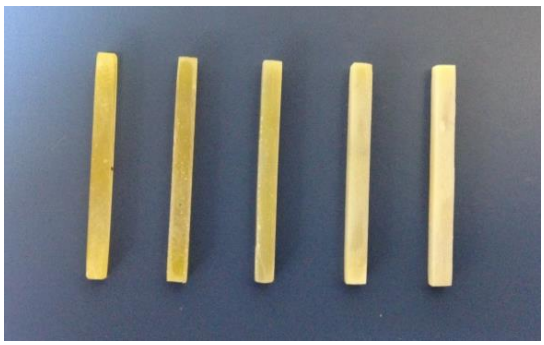
2.4.3. Esneme Dayanımı Testi ve Elastisite Modülünün Belirlenmesi

Bu test yönteminde ISO (4049:2009) standartlarına uygun boyutlarda (2x2x25 mm) örnek hazırlamak için özel olarak yaptırılan metal aparat kullanıldı (Resim 4.3) Aparat içerisine yerleştirilen deneysel kompozit rezinler üzerine cam ile bastırılarak LED ışık kaynağı ile önce örneğin ortasından, sonra ışın tabancasının ucunun çapı kadar kaydırılarak kenarlara doğru ışınlandı. Bu şekilde her grup için 12 adet örnek hazırlandı. Hazırlanan kompozit rezin çubukların bütün yüzeyleri 800 ve 1000 gritlik su zımparaları ile düzleştirildi. Kompozit rezin çubuklar kumpas ile kontrol edilerek 2 x 2 x 25 mm boyutlarında oldukları doğrulandı (Resim 4.4). Hazırlanan örnekler 24 saat 37^{o}C distile suda bekletildi.

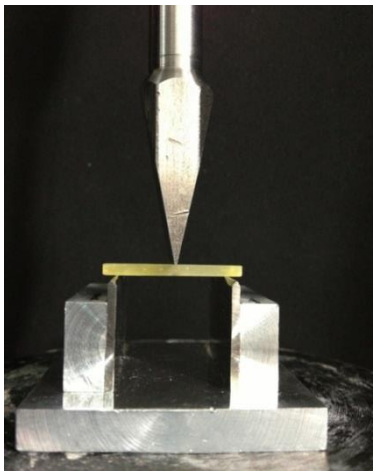


Resim 4.3. Esneme dayanımı testi için örnek hazırlama aparatı

Kompozit rezin örneklerin esneme dayanımı testi bilgisayar kontrollü Instron test cihazı ile 0,5 mm/dk hızda yapıldı. Hazırlanan kompozit örnekler bu cihaz için özel hazırlanan 20 mm aralıklı destek üzerine yerleştirildi. Örneklerin orta noktasına destekler ile kalınlıkta hazırlanan özel uç ile kırılma meydana gelene kadar kuvvet uygulandı (Resim 4.5). Kırılmanın oluştuğu andaki değerler Newton (N) olarak kaydedildi.



Resim 4.4. Esneme dayanımı için hazırlanan örnekler



Resim 4.5. Esneme dayanımı testi

Esneme dayanımı hesaplanırken $\sigma=3FL/2bh^2$ formülü kulanıldı. Bu formülde L destek noktaları arası mesafeyi (mm), b örnek genişliğini (mm), h örnek yüsekliğini (mm), F maksimum yük mikarını (N) göstermektedir.

Elastisite modülü (E), esneme dayanımı sırasında elde edilen gerilim-gerinim grafiğinin (Resim 4.6) eğimi kullanılarak aşağıdaki denklem yardımıyla hesaplandı. Elde edilen veriler gigapaskal (GPa) olarak kaydedildi.

$$E=(\Delta F / \Delta Y)x(L^3 / 4bh^3)$$

Bu formülde ΔF kuvvetteki değişimi, ΔY örnek kırılmadan önce meydana gelen maksimum uzama miktarını göstermektedir (Attar ve Çiftçi 2006).



Resim 4.6. Gerilim-gerinim grafiği

2.4.4. Su Emilimi ve Suda Çözünürlük Testi

Su emilimi testi için her grupta 10 örnek olacak şekilde 5 mm çapında 2 mm kalınlığında disk şeklinde örnekler hazırlandı. Örneklerin içeriklerindeki suyun tamamen buharlaştırılması için 37 ^{o}C'de 24 saat boyunca desikatörde kurutuldu. Daha sonra kuru ağırlıkları hassas terazide (Precisa XB 220A, Precisa, İsviçre) ölçülerek sabit kütle ağırlıkları miligram (mg) cinsinden ölçüldü ve 'M_1' olarak kaydedildi. Ardından 7 gün distile su içerisinde bekletilen örneklerin ağırlıkları hassas terazide tekrar ölçüldü ve bu değerler 'M_2' olarak kaydedildi. Sabit kütle ağırlıklarını tekrar kazanmaları için desikatörde 7 gün boyunca yeniden bekletilen örneklerin ağırlıkları, bir kez daha ölçüldü ve elde edilen değerler 'M_3' olarak kaydedildi. Örneklerin hacimleri milimetreküp (mm^3) cinsinden hesaplandıktan sonra su emilimi ve suda çözünürlük değerleri aşağıdaki denklem yardımıyla $\mu g/mm^3$ olacak şekilde hesaplandı (ISO 4049).

Su emilimi = M_2-M_3 / V

Suda çözünürlük = M_1-M_3 / V

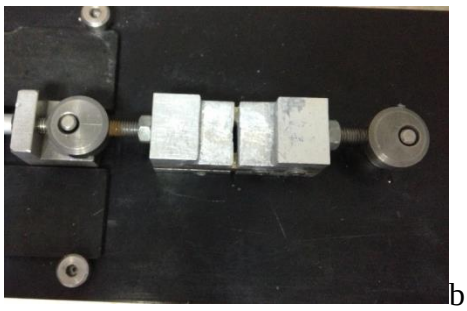
2.4.5. Mikrogerilme Bağlanma Dayanımı Testi ve Kırılma Analizleri

Bağlanma dayanımı testi için 50 adet çekilmiş, çürüksüz insan süt molar dişi kullanıldı. Yumuşak doku artıkları ve eklentilerden arındırılan dişler çalışma için kullanılana kadar oda sıcaklığında serum fizyolojikte saklandı. Dişlerin kökleri su soğutması altında elmas bir separe (Isomet; Buehler, Lake Bluff, IL, ABD) ile kuronlarından ayrıldı (Resim 4.7). Dişler kuronları açıkta kalacak şekilde silindir bir kalıp içerisinde akrilik rezine gömüldü. Minenin tamamen kaldırılması amacıyla, su soğutmalı elmas separe ile dişlerin uzun aksına dik ve okluzal pitin 2 mm apikalinden geçecek şekilde bir kesi gerçekleştirildi. Minenin tamamının kaldırılmasıyla yüzeyel dentin açığa çıkarıldı. Smear tabakasının homojen kalınlığı için, okluzal yüzey sırasıyla 240, 400 ve 600 gritlik silikon karbid zımpara kağıtlar yardımıyla su altında düzleştirildi. Dişler her deney grubunda 10 diş olacak şekilde gruplara ayrıldı.



Resim 4.7. Örnek hazırlama cihazı

Clearfil SE Bond (Kuraray, Japan) ile üreticinin talimatlarına göre gerçekleştirilen bonding işleminden sonra deneysel kompozit rezinler ile 3 tabaka halinde restore edilen örnekler 37°C de 7 gün distile suda bekletildi. Akrilik bloklardan su soğutması altında düşük hızda dönen elmas separe ile dişin uzun aksına paralel olacak şekilde 1 mm aralıklarla seri kesitler alındı. Daha sonra bu kesitlere dik olacak şekilde 1 mm aralıklarla tekrar kesit alındı. Böylece her bir dişten yaklaşık 1 mm^2'lik bağlanma yüzeyine sahip çubuk şeklinde örnekler elde edildi. Mikrogerilme test makinesine (BISCO, Micro Tensile Tester, England) siyano akrilat adeziv (Patex) ile sabitlenen örneklere maksimum 50 N yük altında 1 mm/dakikalık kuvvetler ile kopma oluşuncaya kadar gerilim stresleri uygulandı (Resim 4.8). Newton (N) cinsinden elde edilen veriler, her örnek için elde edilen kompozit rezin bağlanma yüzey alanına bölünerek gerilme bağlanma dayanımı MPa olarak kaydedildi (MPa = N / yüzey alanı).


a

b

Resim 4.8. Mikrogerilme test cihazı (a) ve yakın görüntüsü (b)

Kırılma analizleri bir stereomikroskop (Olympus SZ4045 TRPT, Osaka, Japonya) kullanılarak x 25 büyütme altında yapıldı (Resim 4.9).

Kırılma tipinin tayininde aşağıda verilen sınıflandırma kullanıldı:

1. Kırılma adeziv ara yüzeyden olmuşsa adeziv başarısızlık,

2. Kırılma materyallerden birinin içinde gerçekleşmişse koheziv başarısızlık,

3. Hem adeziv hem de koheziv kırılma birlikte ise karışık (miks) tip başarısızlık olarak belirlendi (Can-Karabulut ve ark 2009, Profeta ve ark 2012).



Resim 4.9. Kırılma analizler için kullanılan stereomikroskop

2.5. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) İle Yüzey İncelenmesi

Deneysel olarak elde edilen rezin materyallerin yüzey özelliklerinin ve homojenliğinin incelenmesi için SEM cihazı kullanıldı (LEO 440, Leike Zeiss, K61n, Almanya) (Resim 4.10). Bunun için her gruptan 5 mm çapında 2 mm kalınlığında birer örnek hazırlanarak 24 saat suda bekletildi. Daha sonra her bir örneğin görüntü alınacak yüzeyi polisaj diskleri (OptiDisc, Kerr) yardımıyla parlatıldı. Hazırlanan örnekler metal uçlara yerleştirilerek havasız bir ortamda altın film tabakası ile kaplandı. Her bir örnek için x1000 büyütmede fotomikrograflar alındı ve değerlendirildi.



Resim 4.10. Çalışmada kullanılan SEM cihazı

2.6. İstatistiksel Değerlendirme

Çalışmanın istatistiksel değerlendirmeleri Selçuk Üniversitesi İstatistik Ana Bilim Dalı'nda SPSS 15.0 (SPSS Inc, Chiago, IL) istatistik programı kullanılarak gerçekleştirildi.

2.6.1. Direkt kontak testi için istatistiksel değerlendirme

Antibakteriyel etkinliğin değerlendirilmesi için tekrarlı ölçümlerde iki yönlü varyans analizi ile yapıldı. Bu test ile farklı konsantrasyonlarda TiO_2 nanopartikül ilavesi ve zaman faktörlerinden her birinin ve parametrelerin etkileşiminin antibakteriyel etkinlik üzerinde etkisi olup olmadığı değerlendirildi.

Bu sonuçlara göre zaman ve konsantrasyona parametrelerinin bakteri çoğalması üzerine etkisi tek yönlü varyans analizi ile değerlendirildi. Gruplar arasında farklılık belirlendiğinde Post Hoc Tukey testi ile ikili karşılaştırmalar yapıldı. Ek olarak zamandan bağımsız olarak bakteri çoğalmasına ait değerlendirmeler tek yönlü varyans analizi ile yapıldı. İstatistiksel değerlendirmeler % 95'lik güven aralığında gerçekleştirildi ve $p<0,05$ değeri istatistiksel olarak anlamlı kabul edildi.

2.6.2. Mekanik testlerin istatistiksel değerlendirilmesi

Deneysel olarak hazırlanan ve farklı konsantrasyonlarda TiO_2 nanopartikül içeren kompozit rezinlerin yüzey sertliği, yüzey pürüzlülüğü, esneme dayanımı, su emilimi ve suda çözünürlük değerleri ve mikrogerilme bağlanma dayanımı değerlerinin karşılaştırılması tek yönlü varyans analizi ile yapıldı. Grupların ikili karşılaştırılmaları için Post Hoc Tukey testi kullanıldı. İstatistiksel değerlendirmeler % 95'lik güven aralığında gerçekleştirildi ve $p<0,05$ değeri istatistiksel olarak anlamlı kabul edildi.

3. BULGULAR

Bu tez çalışmasında deneysel olarak hazırlanan kompozit rezinlere TiO_2 nanopartikül ilavesinin antibakteriyel ve mekanik özelliklere etkisi değerlendirildi. Çalışmaya ait bulgular;

-antibakteriyel özelliğin değerlendirilmesi

-mekanik özelliklerin değerlendirilmesi

-SEM ile yüzey değişikliklerinin incelenmesi şeklinde sunulmuştur.

3.1. Antibakteriyel özelliğin direkt kontak testi (DKT) ile değerlendirilmesine ait bulgular

DKT sonuçlarına göre yapılan istatistiksel değerlendirmeler, spektrofotometreden okunan ve bakteri çoğalmasını yansıtan optik dansite (OD) değerlerine zaman ve TiO_2 konsantrasyonunun etkisi şeklinde yapıldı. Bu testte kullanılan *S. mutans* ve *L. casei*'ye ait bulgular ayrı ayrı sunulmuştur.

3.1.1. *S. mutans* ile yapılan DKT'ne ait bulgular

Tekrarlı ölçüm analizinde iki yönlü varyans analizi sonuçlarına göre zaman ve konsantrasyonun bakteri çoğalması üzerinde istatistiksel olarak anlamlı farklılığa neden olduğu görüldü ($p<0,05$) (Çizelge 3.1.1). Bu iki parametrenin etkileşiminin de istatistiksel olarak anlamlı farka neden olduğu gözlendi (Çizelge 3.1.1). Zaman ve konsantrasyonun kendi içinde bakteri çoğalması üzerindeki etkisine ait bulgular Çizelge 3.1.2'de ve grup içi karşılaştırmalara ait bulgular Çizelge 3.1.3'te sunulmuştur. Zamandan bağımsız olarak antibakteriyel etkinliğin değerlendirilmesine ait bulgular ise Çizelge 3.1.4'te verilmiştir.

Çizelge 3.1.1. İki yönlü varyans analizi sonuçları

	Tip III Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler ortalaması	F	p
Etkileşim	5,666	1	5,666	1559,339	0,000
Grup	1,063	6	0,177	48,775	0,000
Hata	0,076	21	0,004		

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

Çizelge 3.1.2. Tek yönlü varyans analizi sonuçları

	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler ortalaması	F	p
Gruplar arası	8,157	6	1,360	32,038	0,000
Gruplar içi	10,397	245	0,042		
Toplam	18,554	251			

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

S. mutans ile yapılan DKT'ne ait OD değerlerinin zaman ve konsantrasyona bağlı olarak elde edilen istatistiksel verileri Çizelge 3.1.3'te görülmektedir.

Çizelge 3.1.3. *S. mutans* ile yapılan DKT'ne ait OD değerleri

	Başlangıç	**3. saat**	**6. saat**	**9. saat**	**12. saat**	**15. saat**	**18. saat**	**21.saat**	**24.saat**	**p değeri**
Kontrol	0,121± 0,019^{cA}	0,251± 0,014^{bcB}	0,506± 0,062^{cC}	0,646± 0,089^{cC}	0,677± 0,089^{cdCD}	0,693± 0,100^{cdCD}	0,737± 0,059^{cdD}	0,769± 0,066^{cdD}	0,796± 0,069^{cD}	0,000
% 0,1 TiO_2	0,106± 0,004^{bcA}	0,225± 0,017^{bcBD}	0,445± 0,020^{bcCD}	0,565± 0,07^{bcBC}	0,588± 0,076^{bcBC}	0,604± 0,078^{bcBCD}	0,625± 0,081^{bcBCD}	0,650± 0,095^{bcBCD}	0,665± 0,089^{bD}	0,000
% 0,25 TiO_2	0,094± 0,108^{bA}	0,182± 0,030^{bA}	0,368± 0,023^{bB}	0,520± 0,030^{bBC}	0,552± 0,035^{bBC}	0,568± 0,030^{bcBC}	0,587± 0,027^{bBC}	0,610± 0,029^{bBC}	0,628± 0,032^{bC}	0,000
% 0,5 TiO_2	0,104± 0,006^{bcA}	0,198± 0,015^{bcBC}	0,380± 0,027^{bBC}	0,516± 0,076^{bAB}	0,542± 0,084^{bABC}	0,557± 0,083^{bABC}	0,572± 0,089^{bABC}	0,594± 0,092^{bABC}	0,610± 0,080^{bC}	0,000
% 1,0 TiO_2	0,097± 0,010^{bcA}	0,178± 0,017^{bB}	0,360± 0,026^{bC}	0,505± 0,054^{bBCD}	0,541± 0,045^{bCD}	0,557± 0,038^{bcD}	0,581± 0,028^{bD}	0,597± 0,045^{bCD}	0,631± 0,018^{bCD}	0,000
Pozitif	0,104± 0,011^{bcA}	0,268 ± 0,30^{cA}	0,433± 0,127^{cABCD}	0,641± 0,118^{cBCD}	0,797± 0,049^{dBCD}	0,888± 0,052^{dBD}	0,941± 0,055^{dBCD}	0,983± 0,060^{dCD}	1,073± 0,110^{dD}	0,000
Negatif	0,062± 0,003^{aA}	0,064± 0,003^{aA}	0,066± 0,002^{aA}	0,065± 0,001^{aA}	0,064± 0,002^{aA}	0,063± 0,002^{aA}	0,064± 0,003^{aA}	0,063± 0,002^{aA}	0,061± 0,003^{aA}	0,381
p değeri	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	

p<0,05 istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir. Farklı harfler arasında istatistiksel olarak anlamlı fark mevcuttur. Aynı harfler arasında ise fark yoktur. Küçük harler sütün içi, büyük harfler satır içi değerlendirmeyi göstermektedir.

Tek yönlü varyans analizi sonuçlarına göre tüm zamanlarda gruplar arası fark istatistiksel olarak anlamlı bulundu ($p<0,05$). Tüm zaman dilimlerinde yapılan ölçümlere göre en düşük OD değeri negatif kontrol grubunda elde edildi ve bu değer tüm gruplara göre istatistiksel olarak anlamlı derecede farklı bulundu ($p<0,05$) (Çizelge 3.1.3).

Başlangıç ölçümünde pozitif kontrol grubu ile kontrol, % 0,1 TiO_2, % 0,25 TiO_2, % 0,5 TiO_2, % 1 TiO_2 grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmazken ($p>0,05$), kontrol grubu ile % 0,25 TiO_2 grubu arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulundu ($p<0,05$). Kontrol grubu ile % 0,1 TiO_2, % 0,5 TiO_2, % 1 TiO_2 ve pozitif kontrol grubu arasında da istatistiksel olarak anlamlı farklılığa rastlanmadı ($p>0,05$). Bununla birlikte TiO_2 ilave edilen deney grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmadı ($p>0,05$).

Üçüncü saatteki ölçümde pozitif kontrol grubu ile kontrol grubu, % 0,1 TiO_2 ve % 0,5 TiO_2 grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmazken ($p>0,05$), pozitif kontrol grubu ile % 0,25 TiO_2 ve % 1 TiO_2 grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık gözlendi ($p<0,05$). Kontrol grubu ile % 0,1 TiO_2, % 0,25 TiO_2, % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmadı ($p>0,05$). Bununla birlikte TiO_2 ilave edilen deney grupları arasında da istatistiksel olarak anlamlı farklılığa rastlanmadı ($p>0,05$).

Altı ve dokuzuncu saatlik zaman dilimlerinde pozitif kontrol grubu ile kontrol grubu ve % 0,1 TiO_2 arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık gözlenmezken ($p>0,05$), pozitif kontrol grubu ile % 0,25 TiO_2, % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık gözlendi ($p<0,05$). Kontrol grubu, % 0,1 TiO_2 ve pozitif kontrol grubu ile istatistiksel olarak anlamlı derecede farklı bulunmazken ($p>0,05$), kontrol grubu ile % 0,25 TiO_2, % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık gözlendi ($p<0,05$). Bununla birlikte TiO_2 ilave edilen deney grupları arasında ise istatistiksel olarak anlamlı farklılık gözlenmedi ($p>0,05$).

On ikinci saat ölçümleri sonucunda pozitif kontrol grubu ile kontrol grubu arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılığa rastlanmadı ($p>0,05$). Bununla birlikte pozitif kontrol grubunda TiO_2 ilave edilen deney gruplarının tümünden istatistiksel olarak anlamlı derecede daha fazla bakteri çoğalması gözlendi ($p<0,05$). Kontrol

grubu sadece % 0,1 TiO_2 grubu ile istatistiksel olarak benzer sonuçlar verirken ($p>0,05$), % 0,25 TiO_2, % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 grupları ile aralarında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulundu ($p<0,05$). TiO_2 ilave edilen deney grupları arasında ise daha önceki önceki zaman aralıklarında olduğu gibi istatistiksel olarak anlamlı farklılığa rastlanmadı ($p>0,05$).

On beşinci saatteki ölçümlere göre on ikinci saat ölçümlerine benzer şekilde pozitif kontrol grubu ile kontrol grubu arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmazken ($p>0,05$), pozitif kontrol grubu ile diğer tüm gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulundu ($p<0,05$). Kontrol grubu ile % 0,1 TiO_2 ve % 0,25 TiO_2 grubu arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık gözlenmezken ($p>0,05$), % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 grupları ile aralarında istatistiksel olarak anlamlı farklılık görüldü ($p<0,05$). Daha önceki zaman ölçümlerine benzer şekilde % 0,1 TiO_2, % 0,25 TiO_2, % 0,5 TiO_2, % 1 TiO_2 grupları arasında ise istatistiksel olarak anlamlı farklılık görülmedi ($p>0,05$).

On sekiz ve yirmi bir saatlik ölçümlerin sonucuna göre pozitif kontrol grubu ile kontrol grubu arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmazken ($p>0,05$), pozitif kontrol grubu diğer tüm gruplar ile istatistiksel olarak anlamlı farklılık gösterdi ($p<0,05$). Kontrol grubu sadece % 0,1 TiO_2 grubu ile farklılık göstermezken ($p>0,05$), TiO_2 içeren diğer deney grupları ile istatistiksel olarak anlamlı farklılık gösterdi ($p<0,05$). Ek olarak % 0,1 TiO_2, % 0,25 TiO_2, % 0,5 TiO_2, % 1 TiO_2 grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmadı ($p>0,05$).

Yirmi dört saatlik ölçümler sonucunda pozitif kontrol grubu diğer tüm gruplardan istatistiksel olarak anlamlı derecede daha fazla bakteri çoğalması gösterdi ($p<0,05$). TiO_2 gruplarında bakteri üremesinin kontrol grubu ve pozitif kontrol grubundan daha az olduğu ve bu farkın istatistiksel olarak anlamlı olduğu görüldü ($p<0,05$). Bununla birlikte % 0,1 TiO_2, % 0,25 TiO_2, % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 grupları arasında tüm zaman dilimlerine benzer şekilde istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmadı ($p>0,05$).

Zamana bağlı değişiklikler her bir grup için değerlendirildiğinde negatif kontrol grubu hariç tüm gruplarda yirmi dört saatlik süre içinde bakteri çoğalması açısından istatistiksel olarak anlamlı farklılık meydana geldiği görüldü ($p<0,05$) (Çizelge 3.1.3). Kontrol grubunda başlangıç ölçümü ile diğer tüm zaman ölçümleri

arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık olduğu görüldü ($p<0,05$). Benzer şekilde üçüncü saat ölçümü de diğer tüm gruplardan istatistiksel olarak anlamlı derecede farklı bulundu ($p<0,05$). Altı, dokuz, on iki, on beşinci saat ölçümleri arasında ise istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmadı ($p>0,05$). On iki, on beş, on sekiz, yirmi bir ve yirmi dördüncü saatler arasında da anlamlı fark bulunmazken ($p>0,05$), on sekiz, yirmi bir ve yirmi dördüncü saatler ile başlangıç, üç, altı ve dokuzuncu saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık görüldü ($p<0,05$).

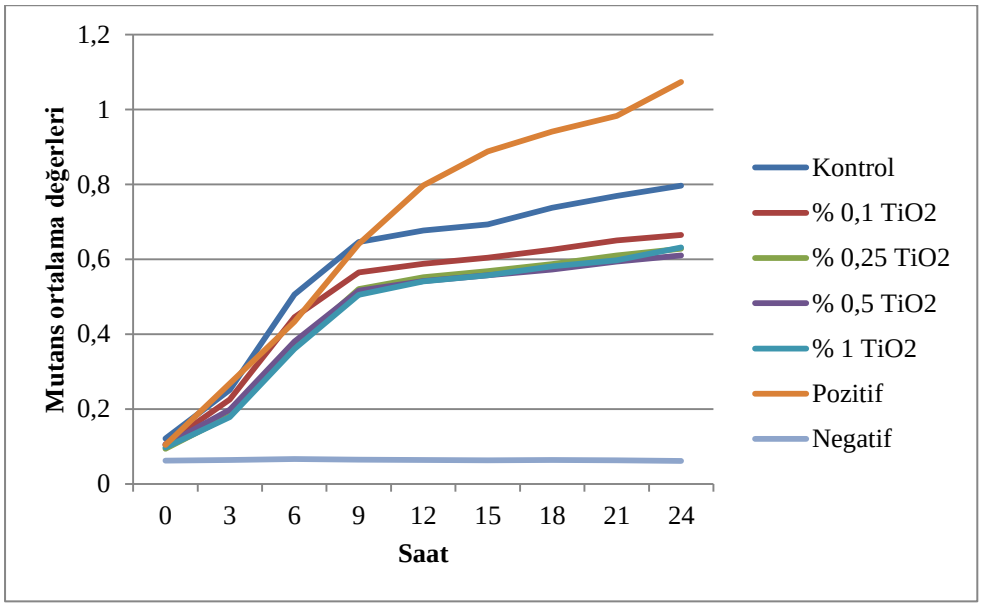
% 0,1 TiO_2 grubunda başlangıç ölçümü diğer tüm zamanlarla anlamlı derecede farklı bulundu ($p<0,05$). Üçüncü saat ile altı, dokuz, on iki, on beş, on sekiz, yirmi birinci ve yirmi dördüncü saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmazken ($p>0,05$), dokuzuncu saat ile yirmi dördüncü saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulundu ($p<0,05$).

% 0,25 TiO_2 grubunda başlangıç ölçümü ile üçüncü saat ölçümü arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılığa rastlanmadı ($p>0,05$). Altı, dokuz, on iki, on beş, on sekiz ve yirmi birinci saat ölçümleri arasında da istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmazken ($p>0,05$), altı ve yirmi dördüncü saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulundu ($p<0,05$).

% 0,5 TiO_2 grubunda başlangıç ölçümü ile dokuz, on iki, on beş, on sekiz, yirmi birinci saat ölçümleri arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılığa rastlanmazken ($p>0,05$), başlangıç ile üç, altı ve yirmi dördüncü saat ölçümleri arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulundu ($p<0,05$). Bununla birlikte üç, altı, dokuz, on iki, on beş, on sekiz ve yirmi birinci saatler arasında da istatistiksel olarak anlamlı farklılık görülmedi ($p>0,05$).

% 1,0 TiO_2 grubunda başlangıç ölçümü ile diğer tüm zamanlar karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı derecede farklılık olduğu görüldü ($p<0,05$). Üçüncü saat ve dokuzuncu saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı derecede farklılık bulunmazken ($p>0,05$), üçüncü saat ile altı, on iki, on beş, on sekiz, yirmi bir ve yirmi dördüncü saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı fark olduğu gözlendi ($p<0,05$). Bununla birlikte altı, dokuz, on iki, yirmi bir ve yirmi dördüncü saatler arasında da anlamlı farklılığa rastlanmadı ($p>0,05$) (Çizelge 3.1.3).

Direkt kontakt testi sonuçlarına göre *S. mutans*'ın çoğalma eğrisi Şekil 3.1.1'de verilmiştir.



Şekil 3.1.1. *S.mutans* çoğalma eğrisi

Pozitif kontrol grubu için elde edilen şekilde bakterinin normal çoğalma eğrisi çizdiği gözlendi. Negatif kontrol grubunda bakteri çoğalması olmadığından bu grup ile ilgili eğri düz bir çizgi şeklinde gözlendi. Dokuzuncu saate kadar pozitif kontrol grubu ile deney grupları arasında bakteri çoğalma eğrisi bakımından belirgin bir fark görülmezken bu saatten sonra pozitif kontrol grubunda bakteri çoğalmasında belirgin bir artış olduğu görüldü. Elde edilen eğriye göre tüm zaman dilimlerinde deney gruplarının birbirine paralel bakteri çoğalma eğrisi çizdikleri gözlendi (Şekil 3.1.1).

S. mutans ile yapılan DKT'ne ait OD değerlerinin zamandan bağımsız olarak değerlendirilmesine ilişkin değerler Çizelge 3.1.4'de verilmiştir.

Çizelge 3.1.4. *S. mutans* ile yapılan DKT'ne ait OD ve standart sapma değerleri

Gruplar	Ortalama	Std. Sapma
Kontrol	$0,577^{c,d}$	0,237
% 0,1 TiO_2	$0,497^{b,c}$	0,201
% 0,25 TiO_2	$0,456^{b,c}$	0,190
% 0,5 TiO_2	$0,452^{b}$	0,187
% 1 TiO_2	$0,450^{b}$	0,187
Pozitif	$0,681^{d}$	0,334
Negatif	$0,063^{a}$	0,002

Farklı harfler arasında istatistiksel olarak anlamlı fark mevcuttur.

DKT'nden elde edilen sonuçlara göre en yüksek bakteri çoğalması pozitif kontrol grubunda görüldü ve bu fark kontrol grubu hariç diğer gruplarla karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı bulundu ($p<0,05$). Pozitif kontrol grubu ile kontrol grubu arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmadı ($p>0,05$). En düşük bakteri çoğalması negatif kontrol grubunda görüldü ve bu fark diğer tüm gruplar ile karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı bulundu ($p<0,05$). Kontrol grubu ile % 0,1 TiO_2 ve % 0,25 TiO_2 içeren gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmazken ($p>0,05$), kontrol grubu ile % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 içeren gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulundu ($p<0,05$). Bununla birlikte TiO_2 içeren deney grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı farka rastlanmadı ($p>0,05$) (Çizelge 3.1.4).

3.1.2. *L. casei* ile yapılan DKT'ne ait bulgular

Tekrarlı ölçüm analizinde iki yönlü varyans analizi sonuçlarına göre zaman ve konsantrasyonun bakteri çoğalması üzerinde istatistiksel olarak anlamlı farklılığa neden olduğu görüldü ($p<0,05$) (Çizelge 3.1.5). Bu iki parametrenin etkileşiminin de anlamlı farklılığa neden olduğu tespit edildi (Çizelge 3.1.5). Zaman ve konsantrasyonun kendi içinde bakteri çoğalması üzerindeki etkisine ait bulgular Çizelge 3.1.6'da ve grup içi karşılaştırmalara ait bulgular Çizelge 3.1.7'de gösterilmektedir. Zamandan bağımsız olarak antibakteriyel etkinliğin değerlendirilmesine ait bulgular ise Çizelge 3.1.8'de sunulmuştur.

Çizelge 3.1.5. İki yönlü varyans analizi sonuçları

	Tip III Kareler toplamı	**Serbestlik derecesi**	**Kareler ortalaması**	**F**	**p**
Etkileşim	4,344	1	4,344	1245,321	0,000
Grup	1,075	4	0,144	38,765	0,000
Hata	0,065	18	0,003		

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

Çizelge 3.1.6. Tek yönlü varyans analizi sonuçları

	Kareler toplamı	**Serbestlik derecesi**	**Kareler ortalaması**	**F**	**p**
Gruplar arası	1,063	6	0,177	72,165	0,000
Gruplar içi	0,602	245	0,002		
Toplam	1,665	251			

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

L. casei ile yapılan DKT'ne ait OD değerlerinin zaman ve konsantrasyonlara bağlı olarak elde edilen istatistiksel verileri Çizelge 3.1.7'de görülmektedir.

Çizelge 3.1.7. *L. casei* ile yapılan DKT'ne ait OD değerleri

	Başlangıç	**3. saat**	**6. saat**	**9. saat**	**12. saat**	**15. saat**	**18. saat**	**21.saat**	**24.saat**	**p değeri**
Kontrol	0,115± 0,005^{cA}	0,113± 0,004^{aA}	0,111± 0,003^{aA}	0,114± 0,004^{aA}	0,122± 0,009^{aA}	0,150± 0,045^{aA}	0,158± 0,044^{aAB}	0,202± 0,070^{bBC}	0,238± 0,060^{bBC}	0,000
% 0,1 TiO_2	0,107± 0,004^{bcA}	0,100± 0,013^{aA}	0,099± 0,014^{aA}	0,107± 0,015^{aA}	0,114± 0,010^{aA}	0,178± 0,109^{aAB}	0,155± 0,042^{aAB}	0,140± 0,014^{abB}	0,163± 0,012^{abB}	0,009
% 0,25 TiO_2	0,107± 0,006^{bcAB}	0,097± 0,009^{aAB}	0,096± 0,011^{aAB}	0,100± 0,011^{aAB}	0,106± 0,015^{aAB}	0,131± 0,028^{aAB}	0,155± 0,049^{aA}	0,173± 0,055^{abB}	0,214± 0,090^{bB}	0,003
% 0,5 TiO_2	0,105± 0,003^{bcA}	0,100± 0,002^{aB}	0,101± 0,006^{aB}	0,103± 0,007^{aB}	0,104± 0,005^{aB}	0,124± 0,030^{aBD}	0,152± 0,036^{aC}	0,157± 0,027^{abDC}	0,191± 0,026^{abDC}	0,000
% 1,0 TiO_2	0,100± 0,008^{abAC}	0,097± 0,007^{aAC}	0,096± 0,003^{aA}	0,104± 0,008^{aADC}	0,115± 0,013^{aB}	0,133± 0,031^{aAB}	0,134± 0,020^{aCB}	0,148± 0,024^{abDEB}	0,190± 0,041^{abEB}	0,000
Pozitif	0,187± 0,009^{eA}	0,135± 0,043^{aAB}	0,149± 0,049^{aABC}	0,174± 0,050^{aCF}	0,224± 0,047^{aCE}	0,231± 0,049^{aCDE}	0,235± 0,047^{aDF}	0,303± 0,066^{bED}	0,390± 0,057^{bED}	0,000
Negatif	0,086± 0,002^{dAB}	0,067± 0,004^{dAB}	0,068± 0,007^{dA}	0,066± 0,005^{dAB}	0,065± 0,007^{dB}	0,064± 0,006^{dAB}	0,065± 0,006^{dAB}	0,066± 0,009^{dAB}	0,067± 0,003^{dAB}	0,999
p değeri	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	

$p<0,05$ istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir. Farklı harfler arasında istatistiksel olarak anlamlı fark mevcuttur. Aynı harfler arasında ise fark yoktur. Küçük harler sütün içi, büyük harfler satır içi değerlendirmeyi göstermektedir.

Tek yönlü varyans analizinden elde edilen sonuçlara göre tüm zamanlarda gruplar arası fark istatistiksel olarak anlamlı bulundu ($p<0,05$). Tüm zamanlarda en düşük bakteri çoğalması diğer tüm gruplarla aralarında istatistiksel olarak anlamlı farklılık olacak şekilde negatif kontrol grubunda görüldü ($p<0,05$) (Çizelge 3.1.7).

Başlangıç ölçümünde pozitif kontrol grubu ile diğer gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulundu ($p<0,05$). Kontrol grubu ile % 0,1 TiO_2, % 0,25 TiO_2 ve % 0,5 TiO_2 grubu arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmazken ($p>0,05$), kontrol grubu ile % 1 TiO_2 grubu arasında istatistiksel olarak anlamlı fark olduğu görüldü ($p<0,05$).

Bundan sonraki üçer saatlik aralıklarla yapılan ölçümlerin on sekizinci saate kadar olan kısmında benzer sonuçlar alındı. Bu sonuçlara göre kontrol grubu, % 0,1 TiO_2, % 0,25 TiO_2 ve % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 grupları ile pozitif kontrol grubu arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmadı ($p>0,05$).

Yirmi birinci saat ölçümlerine göre pozitif kontrol grubu ile kontrol grubu, % 0,1 TiO_2, % 0,25 TiO_2, % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmadı ($p>0,05$). Bununla birlikte 0,1 TiO_2, % 0,25 TiO_2, % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 grupları arasında da istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmadı ($p>0,05$).

Yirmi dört saatlik ölçümler sonucunda yirmi birinci saat ölçümlerine benzer olarak pozitif kontrol grubu ile kontrol grubu, % 0,1 TiO_2, % 0,25 TiO_2, % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmadı ($p>0,05$). 0,1 TiO_2, % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 grupları arasında da istatistiksel olarak anlamlı farklılığa rastlanmadı ($p>0,05$).

Her bir grup içinde zamana bağlı değişiklikler değerlendirildiğinde negatif kontrol grubu hariç tüm gruplarda yirmi dört saatlik süre içinde bakteri çoğalması açısından istatistiksel olarak anlamlı farklılık meydana geldiği görüldü ($p<0,05$) (Çizelge 3.1.7). Kontrol grubunda başlangıç ölçümü ile üç, altı, dokuz, on iki, on beş ve on sekizinci ölçümler arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık gözlenmezken ($p>0,05$), başlangıç ölçümü ile yirmi bir ve yirmi dördüncü saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulundu ($p<0,05$).

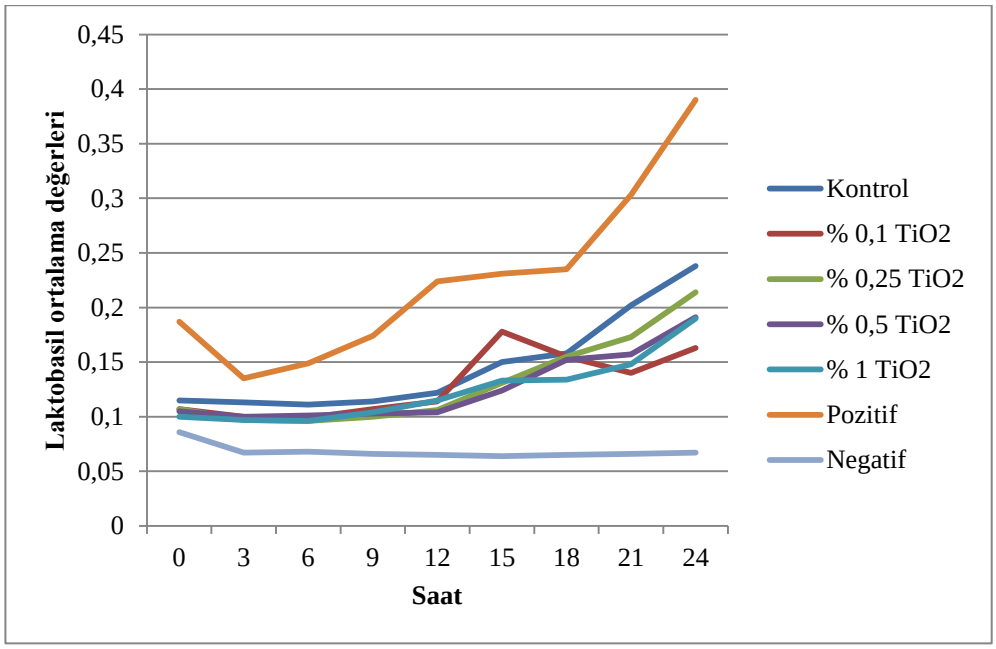
% 0,1 TiO_2 grubunda kontrol grubuna benzer şekilde başlangıç ölçümü ile üç, altı, dokuz, on iki, on beş ve on sekizinci ölçümler arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık gözlenmezken ($p>0,05$), başlangıç ölçümü ile yirmi bir ve yirmi dördüncü saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulundu ($p<0,05$). Ek olarak on beş, on sekiz, yirmi bir ve yirmi dördüncü saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık görülmedi ($p>0,05$).

% 0,25 TiO_2 grubunda başlangıç ölçümü ile üç, altı, dokuz, on iki, on beş, on sekiz, yirmi bir ve yirmi dördüncü saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmadı ($p>0,05$). Bununla birlikte on sekizinci saat ile yirmi bir ve yirmi dördüncü saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı fark olduğu görüldü ($p<0,05$).

% 0,5 TiO_2 grubunda başlangıç ölçümü diğer tüm zaman ölçümlerinden istatistiksel olarak anlamlı derecede farklı bulundu ($p<0,05$). Üçüncü saat ile altı, dokuz, on iki ve on beşinci saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılığa rastalanmazken ($p>0,05$), üçüncü saat ile on sekiz, yirmi bir ve yirmi dördüncü saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulundu ($p<0,05$). On beş, yirmi bir ve yirmi dördüncü saat ölçümleri arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılığa rastalanmazken ($p>0,05$), on beş ve on sekizinci saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık olduğu görüldü ($p<0,05$). Bununla birlikte on sekiz, yirmi bir ve yirmi dördüncü saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık gözlenmedi ($p>0,05$).

% 1,0 TiO_2 grubunda başlangıç ölçümü ile üç, altı, dokuz ve on beşinci saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık görülmedi ($p>0,05$). Başlangıç ölçümü ile on sekizinci saat ölçümü istatistiksel olarak anlamlı farklılığa neden olmazken ($p>0,05$), başlangıç ölçümü on iki, yirmi bir ve yirmi dördüncü saatlerden istatistiksel olarak anlamlı derecede farklı bulundu ($p<0,05$). Bununla birlikte on iki, on beş, on sekiz, yirmi bir ve yirmi dördüncü saatler arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılığa rastalanmadı ($p>0,05$) (Çizelge 3.1.7).

Direkt kontakt testi sonuçlarına göre *L. casei*'nin çoğalma eğrisi Şekil 3.1.2'de verilmiştir.



Şekil 3.1.2. *L. casei* çoğalma eğrisi

Pozitif kontrol grubu için elde edilen şekilde bakterinin on ikinci saate kadar normal çoğalma eğrisi çizdiği gözlendi. Bu saatten sonra düzensiz bir şekilde bakteri çoğalmasının devam ettiği görüldü. Negatif kontrol grubunda bakteri çoğalma eğrisi düz bir çizgi şeklinde gözlendi. Bununla birlikte on ikinci saate kadar tüm deney gruplarında bakteri çoğalma eğrisinin paralele yakın şekilde seyrettiği, bu saatten sonra yine düzensiz şekilde bakteri çoğalmasının artış gösterdiği gözlendi (Şekil 3.1.2).

L. casei ile yapılan DKT'ne ait OD değerlerinin zamandan bağımsız olarak değerlendirilmesine ilişkin değerler Çizelge 3.1.8'de verilmiştir.

Çizelge 3.1.8. *L. casei* ile yapılan DKT'ne ait optik dansite ve standart sapma değerleri

Gruplar	Ortalama	Std. Sapma
Kontrol	0,147[b]	0,054
% 0,1 TiO_2	0,129[b]	0,045
% 0,25 TiO_2	0,131[b]	0,053
% 0,5 TiO_2	0,126[b]	0,036
% 1,0 TiO_2	0,124[b]	0,035
Pozitif	0,225[b]	0,081
Negatif	0,068[a]	0,005

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

DKT'nden elde edilen bu sonuçlara göre en düşük bakteri çoğalması negatif kontrol grubunda görüldü ve bu fark diğer tüm gruplarla karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı bulundu ($p<0,05$). Pozitif kontrol grubu ile kontrol grubu ve TiO_2 ilave edilen deney grupları arasında bakteiyel üreme açısından istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmadı ($p>0,05$) (Çizelge 3.1.8).

3.2. Mekanik özelliklerin değerlendirilmesine ait bulgular

3.2.1. Yüzey sertliği testine ait bulgular

Yüzey sertliği açısından deneysel kompozit rezin grupları arasında fark olup olmadığının değerlendirilmesinde tek yönlü varyans analizi ile değerlendirildi. Bu teste ait bulgular Çizelge 3.2.1'de gösterilmektedir. Farklılıkların hangi gruplar arasında olduğunu belirlemek için Post Hoc Tukey testi kullanıldı. Bu teste ait bulgular Çizelge 3.2.2'de verilmiştir.

Çizelge 3.2.1. Tek yönlü varyans analizi sonuçları

	Kareler toplamı	**Serbestlik derecesi**	**Kareler ortalaması**	**F**	**p**
Gruplar arası	1.547,169	4	386,792	30,409	0,000
Gruplar içi	572,391	45	12,720		
Toplam	2.119,560	49			

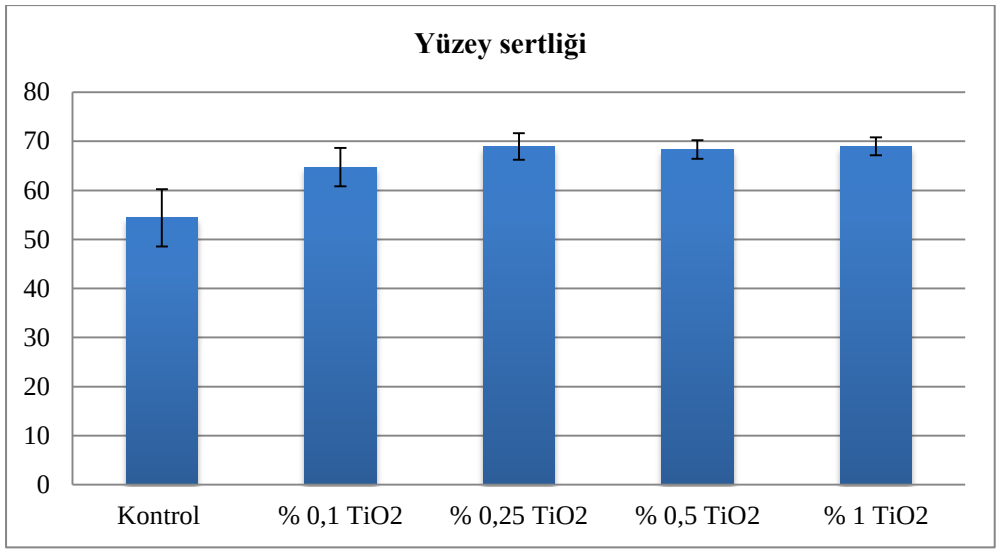
p<0,05 istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir.

Çalışmada test edilen deneysel kompozit rezinlerin yüzey sertliği verilerinin ortalama ve standart sapma değerleri Çizelge 3.2.2 ve Şekil 3.2.1'de görülmektedir.

Çizelge 3.2.2. Yüzey sertliği ve standart sapma değerleri

Gruplar	**Minimum**	**Maksimum**	**Ortalama ± SS**
Kontrol	45,47	62,67	$54,40 \pm 5,83^{a}$
% 0,1 TiO_2	58,57	69,00	$64,73 \pm 3,93^{b}$
% 0,25 TiO_2	64,97	73,23	$68,94 \pm 2,70^{b}$
% 0,5 TiO_2	65,33	71,50	$68,33 \pm 1,88^{b}$
% 1 TiO_2	65,37	72,13	$68,98 \pm 1,82^{b}$

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



Şekil 3.2.1. Yüzey sertliği verileri

Yüzey sertliği testi sonrası en yüksek yüzey sertliği değeri % 1 TiO_2 grubunda (68,98 ± 1,82) elde edilirken en düşük değer kontrol grubunda (54,4 ± 5,83) gözlendi. Bu sonuçlara göre yüzey sertliği bakımından TiO_2 ilave edilen deney grupları ile kontrol grubu arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulundu ($p<0,05$). Bununla birlikte % 0,1 TiO_2, % 0,25 TiO_2, % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 içeren deney grupları arasında ise istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmadı ($p>0,05$).

3.2.2. Yüzey pürüzlülüğü testine ait bulgular

Yüzey pürüzlülüğü açısından deneysel kompozit rezin grupları arasında fark olup olmadığının değerlendirilmesinde tek yönlü varyans analizi kullanıldı (Çizelge 3.2.3). Farklılıkların hangi gruplar arasında olduğunu belirlemek için ise Post Hoc Tukey testi kullanıldı (Çizelge 3.2.4).

Çizelge 3.2.3. Tek yönlü varyans analizi sonuçları

	Kareler toplamı	**Serbestlik derecesi**	**Kareler ortalaması**	**F**	**p**
Gruplar arası	0,023	4	0,006	3,042	0,032
Gruplar içi	0,056	30	0,002		
Toplam	0,079	34			

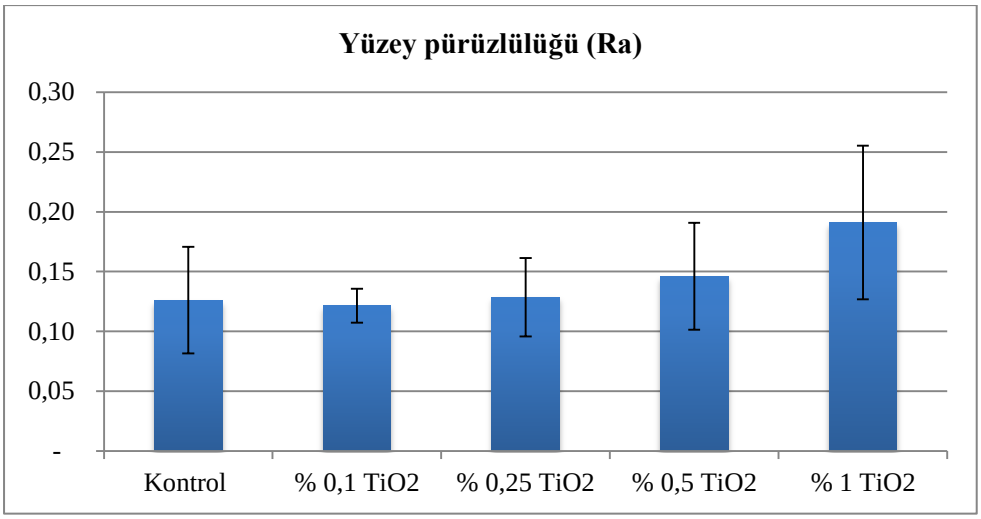
$p<0,05$ istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir.

Çalışmada test edilen deneysel kompozit rezinlerin yüzey pürüzlülüğü testi ortalama Ra değerleri ve standart sapmaları Çizelge 3.2.4 ve Şekil 3.2.2'de görülmektedir.

Çizelge 3.2.4. Yüzey pürüzlülüğü ve standart sapma değerleri (Ra)

Gruplar	**Minimum**	**Maksimum**	**Ortalama ± SS**
Kontrol	0,07	0,19	$0,13 \pm 0,04^{a,b}$
% 0,1 TiO_2	0,11	0,14	$0,12 \pm 0,01^{a}$
% 0,25 TiO_2	0,08	0,16	$0,13 \pm 0,03^{a,b}$
% 0,5 TiO_2	0,12	0,25	$0,15 \pm 0,04^{a,b}$
% 1 TiO_2	0,13	0,33	$0,19 \pm 0,06^{b}$

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



Şekil 3.2.2. Yüzey pürüzlülüğü verileri

Yüzey pürüzlülüğü testi sonrası en yüksek pürüzlülük değeri % 1 TiO_2 grubunda (0,19 ± 0,06 Ra) elde edilirken en düşük değer % 0,1 TiO_2 grubunda (0,12 ± 0,01 Ra) elde edildi ve iki grup arasında istatistiksel olarak anlamlı derecede fark bulundu ($p<0,05$). Kontrol grubu ile diğer gruplar arasında ise istatistiksel olarak anlamlı farklılık görülmedi ($p>0,05$). Bununla birlikte % 0,1 TiO_2, 0,25 TiO_2, % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 grupları arasında da benzer şekilde istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmadı ($p>0,05$).

3.2.3. Esneme dayanımı testine ait bulgular

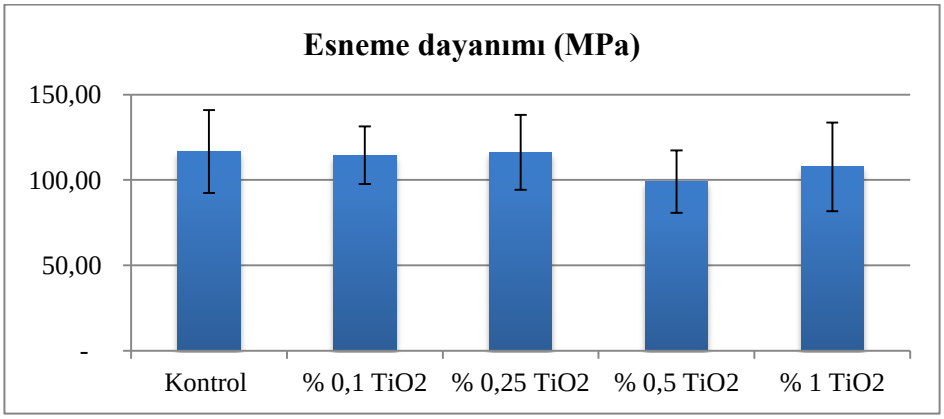
Esneme dayanımı açısından deneysel kompozit rezin grupları arasında fark olup olmadığının değerlendirilmesi için tek yönlü varyans analizi kullanıldı. Bu testten elde edilen istatistiksel sonuçlara göre gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık görülmedi ($p>0,05$). Deneysel kompozit rezinlerin esneme dayanımı testinden elde edilen veriler Çizelge 3.2.5 ve Şekil 3.2.3'de görülmektedir.

Çizelge 3.2.5. Esneme dayanımı ve standart sapma değerleri (MPa)

Gruplar	Minimum	Maksimum	Ortalama ± SS
Kontrol	67,69	150,82	$116,7 \pm 24,3^{a}$
% 0,1 TiO_2	91,24	135,38	$114,5 \pm 16,8^{a}$
% 0,25 TiO_2	87,19	153,41	$116,2 \pm 22,0^{a}$
% 0,5 TiO_2	76,16	139,43	$99,0 \pm 18,3^{a}$
% 1 TiO_2	75,41	157,80	$107,7 \pm 26,0^{a}$

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

Esneme dayanımı testi sonrası en yüksek esneme dayanımı kontrol grubunda (116,7 ± 24,3 MPa) elde edilirken en düşük değerler % 0,5 TiO_2 grubunda (99,0 ± 18,3 MPa) elde edildi. Bu sonuçlara göre kontrol grubu ile farklı konsantrasyonlarda TiO_2 ilave edilen deney grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmadı ($p>0,05$).



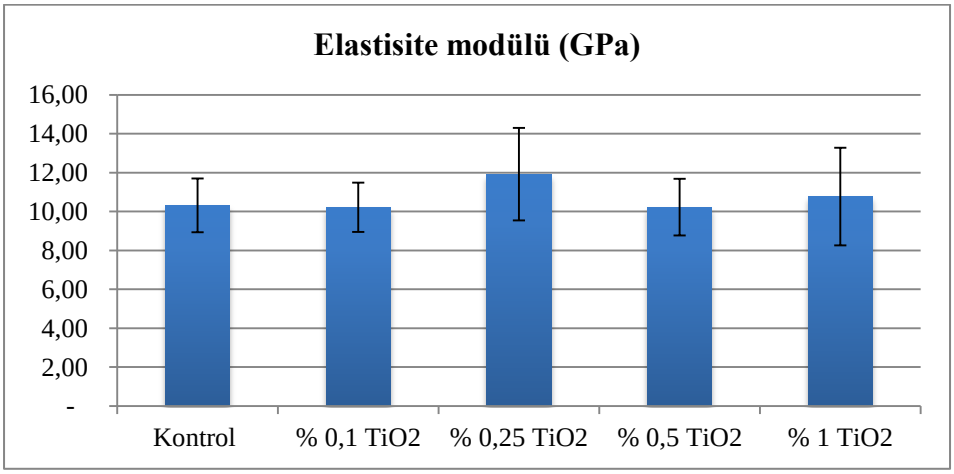
Şekil 3.2.3. Esneme dayanımı verileri

Elastisite modülü açısından deneysel kompozit rezin grupları arasında farklılık olup olmadığı tek yönlü varyans analizi ile değerlendirildi. Bu testten elde edilen isttaistiksel sonuçlara göre gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılığa rastlanmadı ($p>0,05$). Deneysel kompozit rezinlerin elastisite modülü değerleri Çizelge 3.2.6 ve Şekil 3.2.4'te görülmektedir.

Çizelge 3.2.6. Elastisite modülü ve standart sapma değerleri (GPa)

Gruplar	Minimum	Maksimum	Ortalama ± SS
Kontrol	8,13	11,88	10,32 ± 1,38[a]
% 0,1 TiO_2	8,15	12,26	10,22 ± 1,27[a]
% 0,25 TiO_2	7,75	16,47	11,92 ± 2,38[a]
% 0,5 TiO_2	6,86	11,75	10,23 ± 1,45[a]
% 1 TiO_2	6,40	15,99	10,77 ± 2,51[a]

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



Şekil 3.2.4. Elastisite modülü verileri

Elastisite modülü değerleri incelendiğinde esneme dayanımına benzer şekilde gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmadı ($p>0,05$). Bununla birlikte en yüksek elastisite modülü değeri % 0,25 TiO_2 grubunda (11,92 ± 2,38 GPa) ve en düşük elastisite modülü değeri ise % 0,1 TiO_2 grubunda (10,22 ± 1,27 GPa) elde edildi.

3.2.4. Su emilimi testine ait bulgular

Çalışmada test edilen deneysel kompozit rezinlerin 1. gün ve 7 gün suda bekledikten sonra ölçülen ağırlık miktarlarının miligram cinsinden ortalama ve standart sapma değerleri Çizelge 3.2.7'de gösterilmiştir.

Çizelge 3.2.7. Kompozit rezinlerin 1. ve 7. gündeki ağırlık değerleri (mg)

Gruplar	1. gün Ortalama ± SS	7. gün Ortalama ± SS
Kontrol	98,56 ± 7,53	99,44 ± 7,55
% 0,1 TiO_2	96,60 ± 7,62	97,38 ± 7,70
% 0,25 TiO_2	101,82 ±13,27	102,70 ± 13,33
% 0,5 TiO_2	93,82 ± 6,12	94,33 ± 6,22
% 1 TiO_2	90,68 ± 7,70	91,13 ± 7,73

Su emilimi açısından deneysel kompozit rezin gruplarının karşılaştırılmasında tek yönlü varyans analizi kullanıldı. Bu testin sonuçları Çizelge 3.2.8'de görülmektedir. Grup içi karşılaştırmalara ait bulgular ise Çizelge 3.2.9'da verilmiştir.

Çizelge 3.2.8. Tek yönlü varyans analizi sonuçları

	Kareler toplamı	Serbestlik derecesi	Kareler ortalaması	F	p
Gruplar arası	4986,815	4	1246,704	4,055	0,007
Gruplar içi	13834,233	45	307,427		
Toplam	18821,048	49			

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

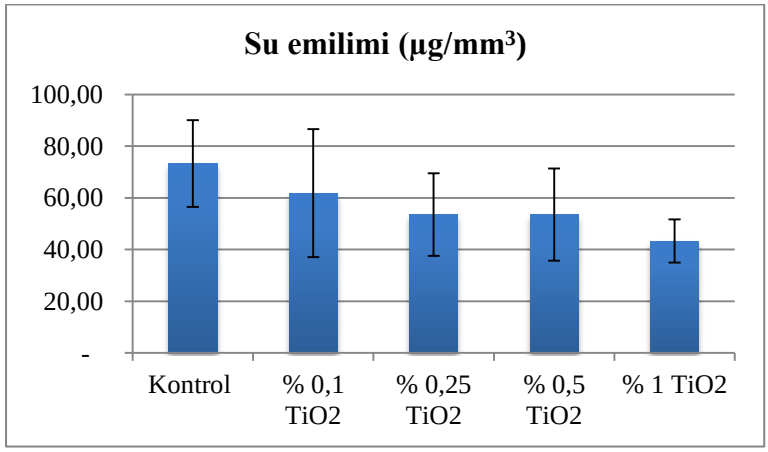
Deneysel kompozit rezinlerin bir hafta suda bekleme sonrası elde edilen ağırlık verileri ile hesaplanan su emilimi değerlerinin ortalama ve standart sapmaları Çizelge 3.2.9 ve Şekil 3.2.5'te görülmektedir.

Çizelge 3.2.9. Su emilimi değerleri ve standart sapmaları (µg/mm^3)

Gruplar	Minimum	Maksimum	Ortalama ± SS
Kontrol	50,96	95,54	73,25± 10,83^{a}
% 0,1 TiO_2	31,85	95,54	61,78± 24,77^{ab}
% 0,25 TiO_2	31,85	82,80	53,50± 15,94^{ab}
% 0,5 TiO_2	31,85	82,80	53,50± 17,81^{ab}
% 1 TiO_2	25,48	50,96	43,31± 8,39^{b}

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

Su emilimi testi sonrası elde edilen verilere göre en yüksek su emilimi değeri 73,25 ± 10,83 µg/mm^3 değeri ile kontrol grubunda görüldü. En düşük su emilimi ise 43,31± 8,39 µg/mm^3 değeri % 1 TiO_2 grubunda elde edildi. Bu sonuçlara göre kontrol grubu ile % 0,1 TiO_2, 0,25 TiO_2 ve % 0,5 TiO_2 grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmadı ($p>0,05$). Bununla birlikte kontrol grubunda % 1 TiO_2 grubuna göre istatistiksel olarak anlamlı derecede daha fazla su emilimi gözlendi ($p<0,05$). % 0,1 TiO_2, 0,25 TiO_2, % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 grupları arasında ise istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmadı ($p>0,05$).



Şekil 3.2.5. Su emilimi verileri

3.2.5. Suda çözünürlük testine ait bulgular

Suda çözünürlük açısından deneysel kompozit rezin gruplarının karşılaştırılmasında tek yönlü varyans analizi kullanıldı. Bu testin sonuçları Çizelge 3.2.10'da görülmektedir. Grup içi karşılaştırmalara ait bulgular ise Çizelge 3.2.11'de verilmiştir.

Çizelge 3.2.10. Tek yönlü varyans analizi sonuçları

	Kareler toplamı	**Serbestlik derecesi**	**Kareler ortalaması**	**F**	**p**
Gruplar arası	250,647	4	62,662	6,054	0,001
Gruplar içi	465,779	45	10,351		
Toplam	716,427	49			

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

Bu test sonucu elde edilen verilere göre gruplar arasında istatistiksel anlamlı farklılık gözlendi ($p<0,05$). Deneysel kompozit rezinlerin bir hafta suda bekleme sonrası elde edilen suda çözünürlük verilerinin ortalama ve standart sapmaları Çizelge 3.2.11 ve Şekil 3.2.6'te görülmektedir.

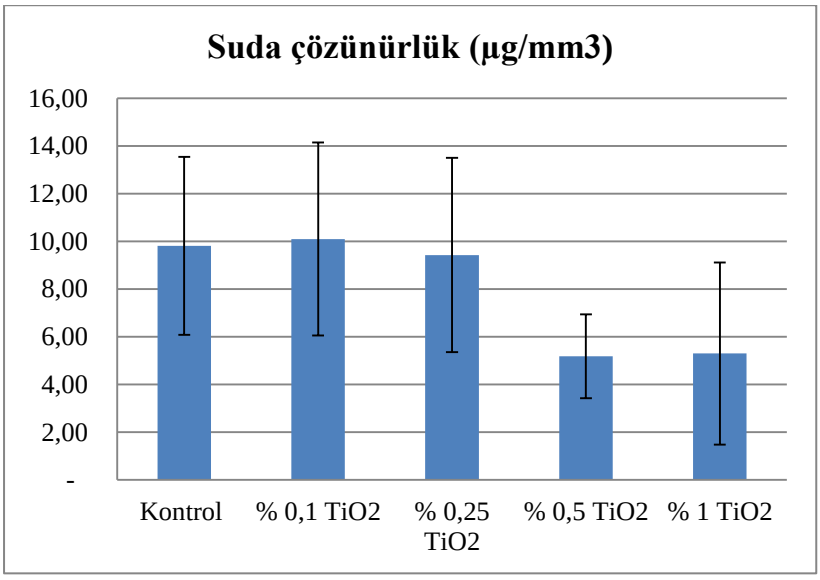
Çizelge 3.2.11. Suda çözünürlük değerleri ve standart sapmaları ($\mu g/mm^3$)

Gruplar	**Minimum**	**Maksimum**	**Ortalama ± SS**
Kontrol	6,37	15,48	$9,82 \pm 3,73^a$
% 0,1 TiO_2	6,37	15,48	$10,10 \pm 4,05^a$
% 0,25 TiO_2	6,37	15,48	$9,43 \pm 4,07^a$
% 0,5 TiO_2	3,37	6,74	$5,18 \pm 1,76^b$
% 1 TiO_2	2,37	6,37	$5,30 \pm 3,82^b$

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

Suda çözünürlük testi sonrası suda en fazla çözünen grup 10,10 ± 4,05 $\mu g/mm^3$ değeri ile % 0,1 TiO_2 grubu olurken, en az çözünen grup 5,18 ± 1,76 $\mu g/mm^3$ değeri ile % 0,5 TiO_2 grubu oldu. Elde edilen sonuçlara göre % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 grupları diğer gruplardan istatistiksel olarak anlamlı derecede daha az suda

çözünürlük gösterdi ($p<0,05$). % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 grupları arasında ise istatistiksel olarak anlamlı farklılık gözlenmedi ($p>0,05$).



Şekil 3.2.6. Suda çözünürlük verileri

3.2.6. Mikrogerilme bağlanma dayanımı testine ait bulgular

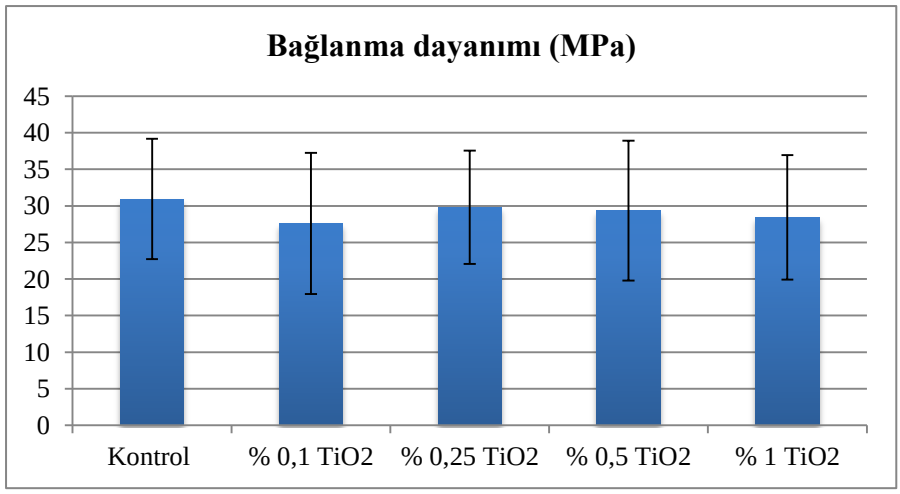
Mikrogerilme bağlanma dayanımı açısından deneysel kompozit rezin grupları arasında fark olup olmadığının değerlendirilirken tek yönlü varyans analizi kullanıldı. Çalışmada test edilen deneysel kompozit rezinlerin mikrogerilme bağlanma dayanımı testinden elde edilen verilerin ortalama ve standart sapma değerleri Çizelge 3.2.12 ve Şekil 3.2.7'de görülmektedir.

Çizelge 3.2.12. Mikrogerilme bağlanma dayanımı ve standart sapma değerleri (MPa)

Gruplar	Minimum	Maksimum	Ortalama ± SS
Kontrol	18,25	45,76	30,93 ± 8,23[a]
% 0,1 TiO_2	17,11	49,24	27,59 ± 9,66[a]
% 0,25 TiO_2	18,05	42,22	29,80 ± 7,76[a]
% 0,5 TiO_2	14,97	44,87	29,34 ± 9,56[a]
% 1 TiO_2	15,98	47,50	28,43 ± 8,50[a]

Farklı harfler arasında istatistiksel olarak anlamlı fark mevcuttur.

İstatistiksel analiz sonuçlarına göre farklı konsantrasyonlarda TiO_2 nanopartikül ilave edilen deneysel kompozit rezin grupları ile kontrol grubu arasında mikrogerilme bağlanma dayanımı açısından istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmadı ($p>0,05$).



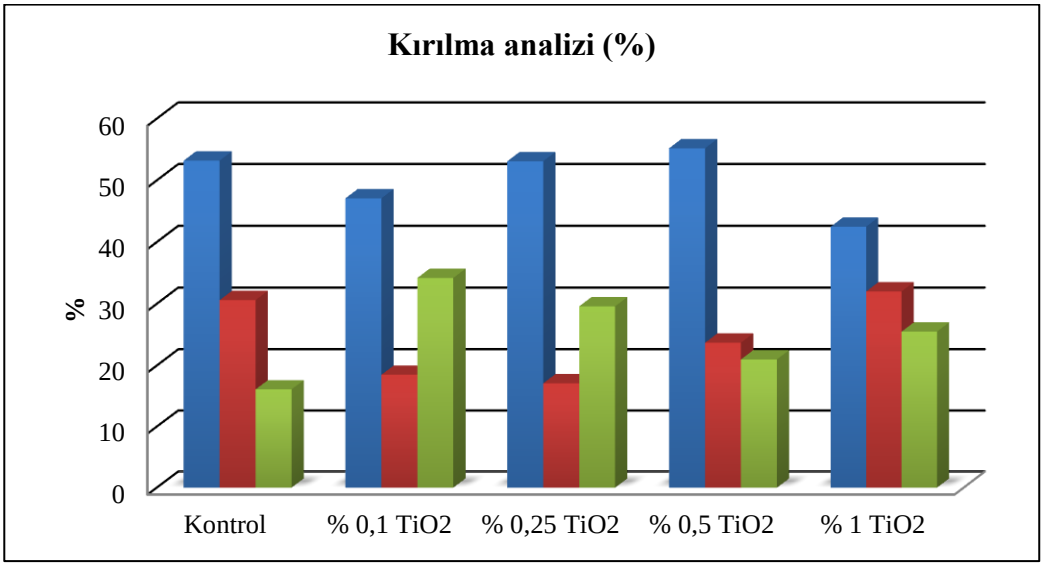
Şekil 3.2.7. Bağlanma dayanımı verileri

Deneysel kompozit rezinlerle yapılan mikrogerilme bağlanma dayanımı testinin ardından stereomikroskop altında yapılan kırılma analizi değerlendirmesinden elde edilen veriler Çizelge 3.2.13 ve Şekil 3.2.8'de görülmektedir.

Çizelge 3.2.13. Kırılma analizi verileri

Gruplar	**Kırılma tipi (%)**		
	Adeziv	Koheziv	Miks
Kontrol	53,2	30,6	16,1
% 0,1 TiO_2	47,1	18,5	34,2
% 0,25 TiO_2	53,1	17,1	29,6
% 0,5 TiO_2	55,2	23,7	21,0
% 1 TiO_2	42,5	32,0	25,5

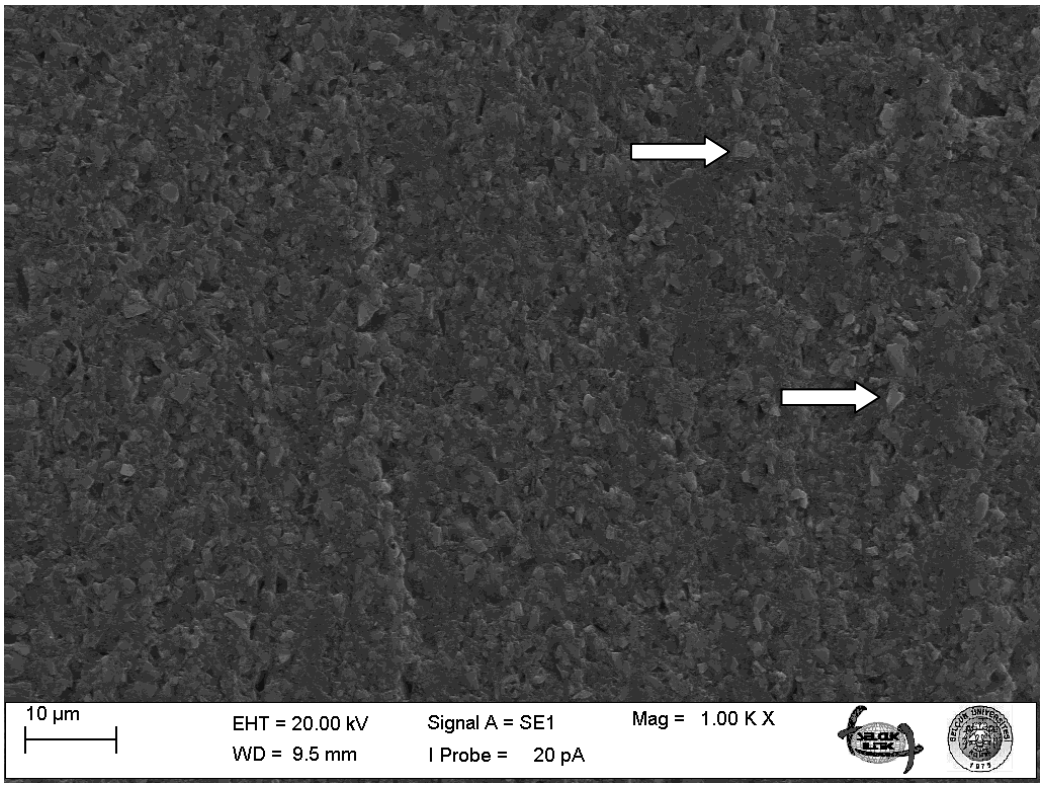
Elde edilen sonuçlara göre kontrol grubu ve diğer tüm gruplarda adeziv tip kırılma, koheziv ve miks tip kırılmadan fazla görüldü.



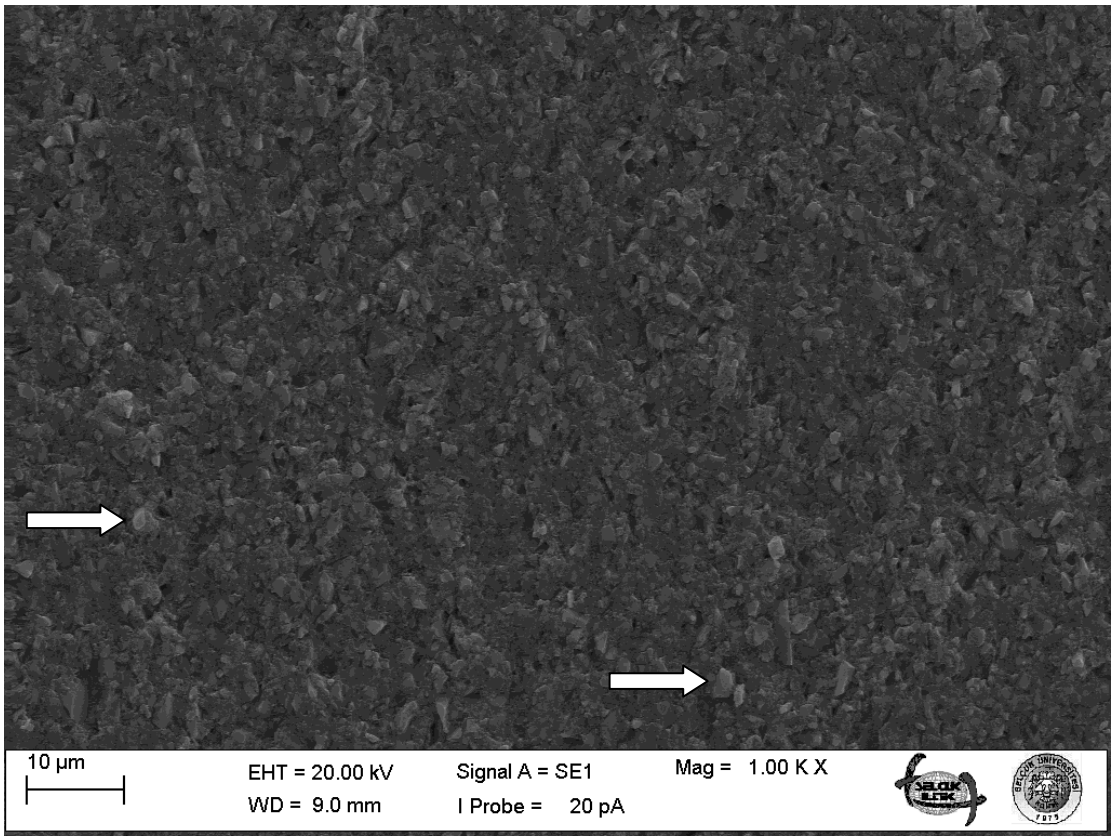
Şekil 3.2.8. Kırılma analizi verileri

3.3. SEM ile yüzey değişikliklerinin incelenmesi

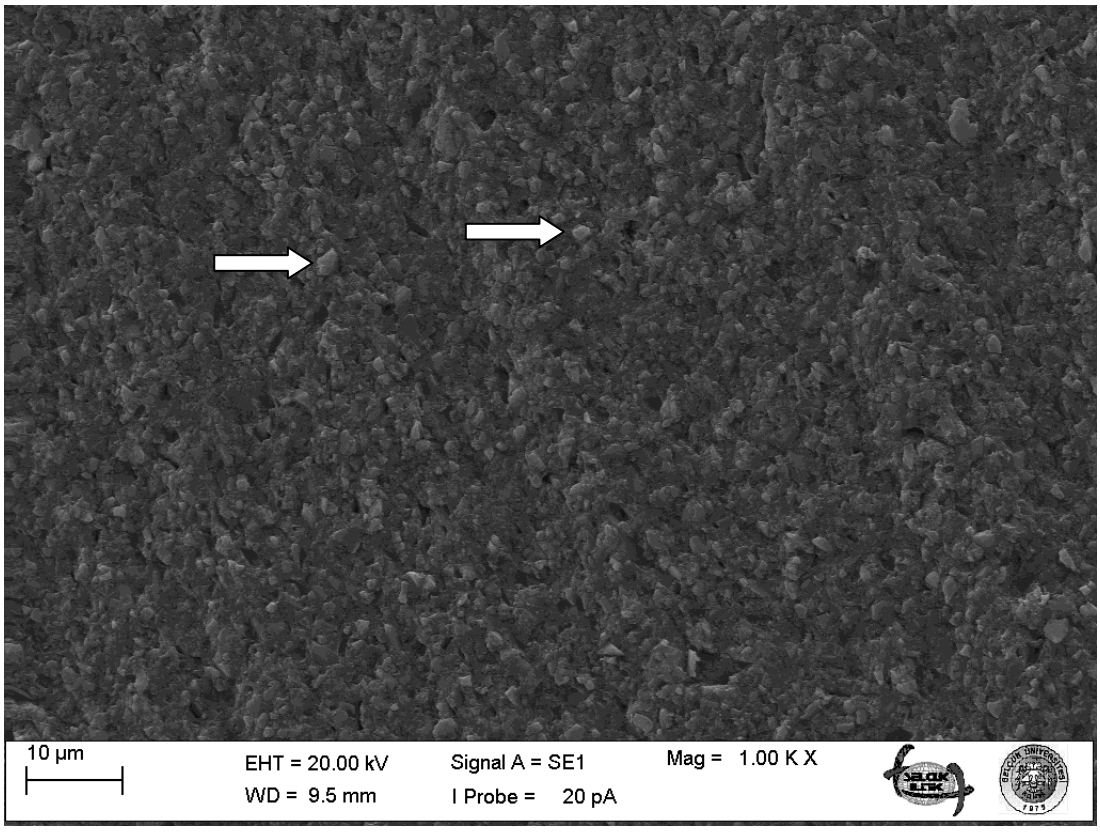
Elde edilen görüntülere göre farklı konsantrasyonlarda TiO_2 içeren kompozit rezinler arasında yüzey özellikleri açısından belirgin bir farklılık gözlenmedi. Bununla birlikte kompozit içine homojen olarak dağılmış cam doldurucular belirgin şekilde gözlendi (okla işaretli yerler). Yapılan polisaj sonrası bazı bölgelerden doldurucuların koparak uzaklaşmış olduğu görüldü. Ek olarak nanopartiküllerin bir araya gelme eğilimlerinden dolayı görülmesi muhtemel olan nanopartikül kümelenmelerine rastlanmadı (Resim 3.1, 3.2, 3.3, 3.4 ve 3.5).



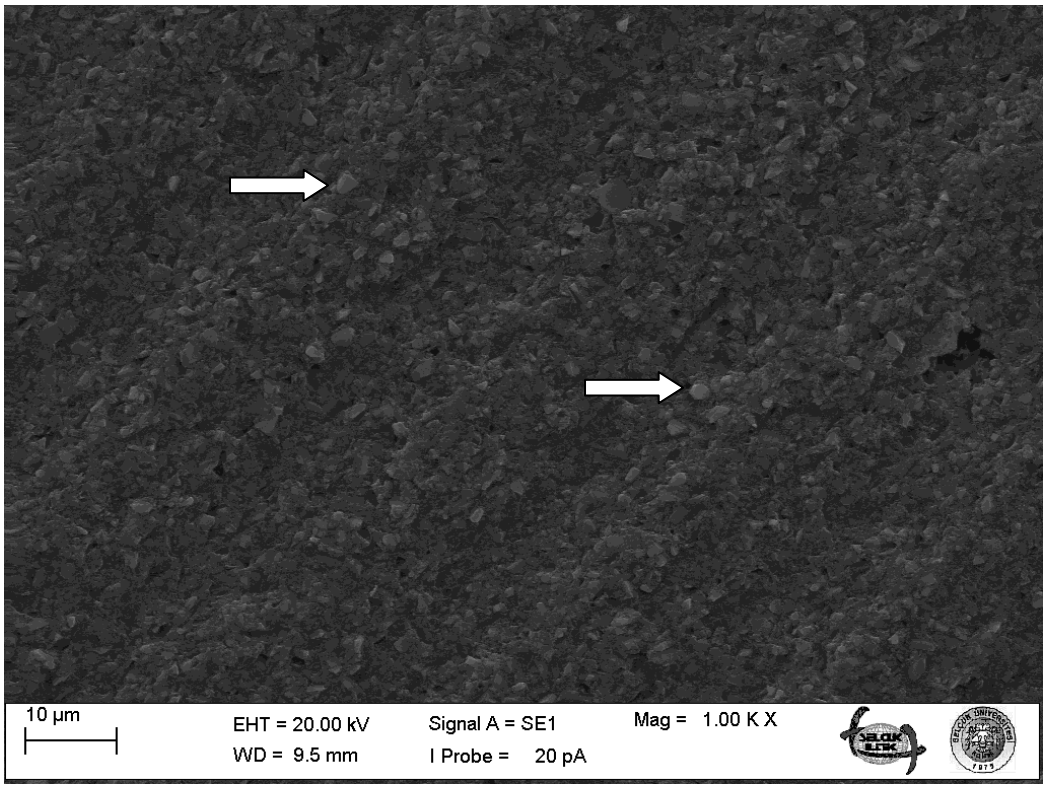
Resim 3.1. Kontrol grubu deneysel kompozit rezine ait SEM görüntüsü



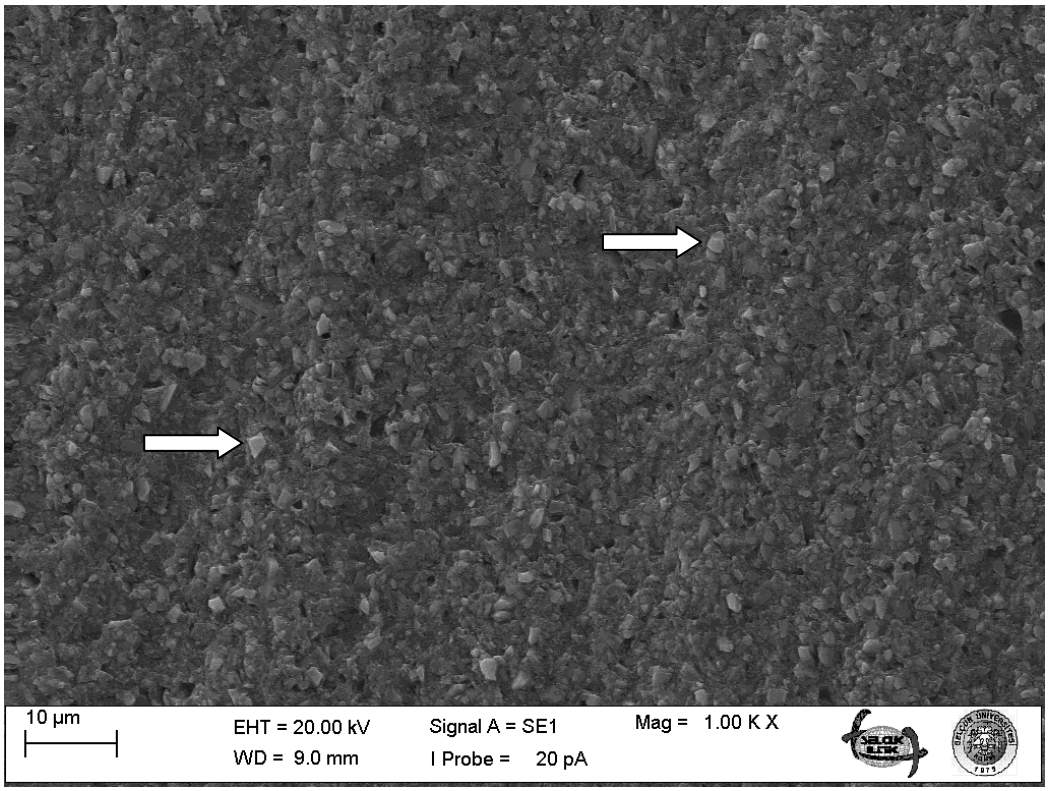
Resim 3.2. % 0,1 TiO_2 içeren gruba ait deneysel kompozit rezinin SEM görüntüsü



Resim 3.3. % 0,25 TiO_2 içeren gruba ait deneysel kompozit rezinin SEM görüntüsü



Resim 3.4. % 0,5 TiO_2 içeren gruba ait deneysel kompozit rezinin SEM görüntüsü



Resim 3.5. % 1 TiO_2 içeren gruba ait deneysel kompozit rezinin SEM görüntüsü

4. TARTIŞMA

Estetik diş hekimliği restoratif materyaller, bağlayıcı sistemler, fonksiyona dayalı tedaviler ve minimal invaziv yaklaşımlardaki yeniliklerle birlikte gelişmeye devam etmektedir. Bu tür ilerlemeler hasta memnuniyetini sağlamak açısından hekimlere sayısız fırsatlar sunarak klinikte karşılaşılan restoratif ve estetik sorunlara çözüm sağlamayı amaçlamaktadır. Kompozit rezin restorasyonların anterior ve posterior bölgelerde artan kullanımıyla birlikte, bu alan teknolojik gelişmelerin ilgi odaklarından biri haline gelmiştir (Terry 2004).

Kompozit rezinler yaygın olarak kullanılmalarının yanı sıra, restorasyon marjininde mikrosızıntıya ve plak birikimine bağlı olarak oluşabilen sekonder çürük, restorasyonların değiştirilmesinin ana nedenidir (Totiam ve ark 2007). Sekonder çürüğün önlenebilmesi açısından restorasyon-diş arasındaki marjinal bütünlüğün sağlanması, kaviteye yerleştirilen restoratif materyalin fiziksel özelliklerinin geliştirilmesi ve ek olarak restoratif materyalin antibakteriyel özelliğe sahip olması gibi yaklaşımlar değerlendirilmelidir (Okida ve ark 2008).

Son yıllarda, nano boyutlu partiküller ve seramik kristal lifler, yüzey reaktiflikleri sayesinde rezin matriks ile daha sıkı bağ yapmaları nedeniyle geleneksel dolduruculara oranla daha çok tercih edilir olmuşlardır (Liu ve ark 2009). Bununla birlikte restoratif materyallerin özelliklerini geliştirmek amacıyla polimer nano doldurucu, cam fiber, gümüş ve titanyum nanopartiküllerin kompozit rezinlere ilave edilmesi gündeme gelmiştir (Kawashita ve ark 2000, Chen 2010).

TiO_2 nanopartiküllerinin yüksek biyouyumluluğu ve uygun rengi nedeniyle diş hekimliğinde restoratif materyallerin geliştirilmesi konusunda tercih edilebileceği belirtilmiştir (Xia ve ark 2008, Welch ve ark 2010). TiO_2, suyun ve havanın arındırılması ve kendi kendini temizleyebilen yüzeylerin elde edilmesi konusunda geniş uygulama alanına sahip olan bir fotokatalisttir (Zhang ve ark 2003, Zhao ve Yang 2003, Nishimoto ve Bhushan 2013). UV ışığı (<385 nm) ile karşılaştığında kristalin formdaki TiO_2 aktive olmakta, sonraki reaksiyonlar vasıtasıyla OH, O_2^- ve H_2O_2 gibi reaktif oksijen ürünleri (ROS) meydana gelmektedir. TiO_2'in antibakteriyel etki mekanizması hücre duvarı ya da membranı gibi bakteriyel bileşenler ile ROS ürünleri arasındaki reaksiyona dayanmaktadır (Sunada ve ark

2003, Hirakawa ve ark 2004). Özellikle hücre zarı içindeki doymamış fosfat yağları ROS ürünlerine karşı en hassas hedef bölgelerdir (Maness ve ark 1999, Kiwi ve Nadtochenko 2004). TiO_2 ilave edilen çeşitli kompozit materyallerin antibakteriyel etkinliği birçok çalışmada değerlendirilmiştir (Cai ve ark 2013). Bununla birlikte TiO_2'in fotokatalitik etkisinin UV ışığına gereksinim duyması, etkinin isteğe bağlı oluşması noktasında avantaj sağlarken, UV ışığı uygulamasının her zaman mümkün ya da pratik olmaması gibi dezavantajları da vardır (Cai ve ark 2013). Bu bilgiler ışığında bu tez çalışmasında deneysel olarak hazırlanan kompozit rezine TiO_2 nanopartikülleri ilave edilerek elde edilen kompozit rezinin mekanik özellikleri ve antibakteriyel etkinliği test edilmiştir.

Son yıllarda kompozit rezinlere ilave edilen doldurucu boyutlarının mikro boyutlardan nano boyutlara inmesi konusunda pek çok araştırma yapılmaktadır (Houshyar ve ark 2013). Kompozit rezinin organik matriks kısmı içerisine çeşitli oranlarda dağılmış olan inorganik doldurucu partiküllerin ağırlık ve hacim yüzdesi doldurucu partiküllerin büyüklüğü ile ilgilidir. Eşit büyüklükteki partiküllerin organik matriks içinde dağılımı ile birtakım boşluklar oluşmaktadır. Bu boşlukların giderilmesi amacıyla farklı büyüklükteki partiküllerin organik matriks içerisinde harmanlanması gerektiği bildirilmiştir (Dayangaç 2000).

Partikül boyutlarının azalması ile birlikte bu partiküllerdeki kümelenme eğilimi artmaktadır. Böylece partiküllerin organik matriks içerisinde homojen dağılımı zorlaşmakta ve sonuç olarak materyalin mekanik özellikleri zayıflamaktadır (Houshyar ve ark 2013). Tian ve ark (2008) ile Drummond (2008), bahsedilen kümelenme eğilimi nedeniyle çok küçük veya nano boyutlu doldurucuların kompoziti güçlendirmek amacıyla kullanımlarının sınırlandığını iddia etmişlerdir. Bununla birlikte nanopartiküllerin küçük oranlarda (ağırlıkça % 1 - % 2,5) ilave edilmesinin kompozit rezinlerin mekanik özelliklerinde önemli gelişmeler sağladığı bildirilmiştir (Tian ve ark 2008). Böylece, Houshyar ve ark (2013) kabul edilebilir oranda büyük partiküller ve bir miktar da nano boyutlu doldurucu kullanılmasının kompozit rezinlerin güçlendirilmesi konusunda uygun bir yöntem olabileceğini belirtmişlerdir. Aynı araştırmacılar nanopartiküllerin bu şekilde kullanılmasındaki amacı ise büyük partikül kullanımının dezavantajlarından kaçınmak ve organik matriks içerisinde daha homojen bir dağılım sağlanması olarak açıklamışlardır (Houshyar ve ark 2013). Bu bilgiler ışığında bu tez çalışmasında 1,2 μm boyutlarında silanize baryum cam ve ortalama 20 nm boyutlarında TiO_2 kullanılmıştır.

‘Bowen rezini’ olarak da adlandırılan Bis-GMA günümüzde birçok restoratif materyalin temel yapı taşını oluşturmaktadır (Bouillaguet 2004, Henriks-Eckerman ve ark 2004). Yüksek molekül ağırlıklı (510,6 g/mol) bu monomer dirençli bir yapıya sahiptir, fazla uçucu değildir, hızlı polimerize olmaktadır ve oda sıcaklığında bile katı aromatik yapısını korumaktadır (Bowen ve Marjenhoff 1992, Peutzfeldt 1997, Charton ve ark 2007, Trujillo-Lemon ve ark 2007). Ayrıca moleküler yapısı ve içerdiği benzen halkası nedeniyle dental kompozitlerde temel monomer olarak en doğru seçim olduğu bildirilmiştir (Zhang ve ark 2013). Bununla birlikte Bis-GMA monomeri yüksek viskozitesi nedeniyle kompozitlere istenilen miktarda doldurucu partikül yüklemesi ve istenilen mekanik özelliklere ulaşılmasını sınırlanmaktadır (Charton ve ark 2007, Yüksel 2011). Bu nedenle Bis-GMA monomerinin viskozitesi yardımcı bir monomer aracılığıyla düşürülerek yüksek doldurucu seviyesine ulaşılması, bu sayede; dayanıklılık, kıvam ve termal genleşme katsayısı gibi özelliklerin iyileştirilmesi ve klinik kullanımı kolay bir restoratif materyal elde edilmesi hedeflenmektedir (Peutzfeldt 1997, Soderholm ve Mariotti 1999). TEGDMA rezin sistemlere ilave edildiğinde; polimerin vizkositesini ve camlaşma derecesini (Tg) azaltarak moleküler mobiliteyi arttırmaktadır. Bu sayede istenilen miktarlarda doldurucu ilave edilebilmesi ve farklı kullanım amaçları için farklı rezin sistemlerinin oluşturulabilmesine imkân sağlanmaktadır (Asmussen ve Peutzfeldt 1998, Morgan ve ark 2000). Bu tez çalışmasında hazırlanan deneysel kompozit rezinde temel monomer olarak Bis-GMA ve yardımcı monomer olarak ise TEGDMA kullanılmıştır.

Kompozit rezin içerisinde TEGDMA oranının artmasının plastikleşmeyi önleyici etkisi ile polimer zincirin daha sıkı bağlanmasını sağlaması nedeniyle polimerizasyon büzülmesini arttırdığı bildirilmiştir (Siderou ve ark 2003). Bununla birlikte Bis-GMA oranının artması sonucu çapraz bağ ve monomer dönüşümünün azalmasının, kompozit rezinin esneme dayanımının düşmesine neden olduğu bildirilmiştir (Gonçalves ve ark 2011). Günümüzde kullanılan kompozit rezin sistemlerde Bis-GMA/TEGDMA oranının ağırlık olarak % 50/50 ile % 70/30 arasında değiştiği bildirilmiştir (Charton ve ark 2007). Nguyen ve ark (2013), TEGDMA’nın seyreltici monomer olarak Bis-GMA’ya göre ağırlıkça 2/3 – 1/3 oranında kompozit rezine eklenebileceğini bildirmişlerdir (Nguyen ve ark 2013). TEGDMA, Bis-GMA’ya eklendiğinde kompozit rezinde önemli derecede viskozite

düşüşü gözlenmektedir. Örneğin; Bis-GMA ağırlıkça % 75 ve TEGDMA ağırlıkça % 25 oranında kullanıldığında elde edilen karışımın viskozitesi 4300 cP olurken, Bis-GMA / TEGDMA ağırlıkça 50 / 50 oranında kullanıldığında hazırlanan karışımın viskozitesi 200 cP olmaktadır (Yüksel 2011). Gonçalves ve ark (2011) deneysel kompozit rezin hazırladıkları çalışmalarında farklı Bis-GMA/TEGDMA oranları (% 3:7, % 4:6, % 5:5, % 6:4, % 7:3) ile farklı doldurucu yüzdeleri (% 40, % 50, % 60, %70) kullanmışlardır. Bu çalışmanın sonuçlarına göre, yüksek Bis-GMA/TEGDMA oranının polimerizasyon büzülmesi, dönüşüm derecesi ve maksimum polimerizasyon oranı üzerinde doldurucu içeriğe göre daha fazla etkisinin olduğunu ve bu etkinin ters orantı şeklinde olduğunu belirtmişlerdir (Gonçalves ve ark 2011). Bununla birlikte kompozit rezinlerde doldurucu içeriğindeki artışın polimerizasyon büzülmesi üzerinde negatif, elastisite modülü üzerinde ise pozitif etkisinin daha belirgin olduğunu bildirmişlerdir (Gonçalves ve ark 2011). Yu ve ark (2009), TiO_2 ilave edilmiş deneysel kompozit rezinlerde, bu ilavenin opaklık, renk, translusensi ve florasan özelliklere etkisini araştırdıkları çalışmalarında % 0,1, % 0,25 ve % 0,5 oranlarında TiO_2 nanopartikül ilavesinin bu özellikler üzerinde önemli değişiklikler meydana getirdiğini bildirmişler ve % 0,1 - % 0,25 oranlarında TiO_2 nanopartikül ilavesinin insan minesine benzer opaklık derecesi sağlayacağını belirtmişlerdir.

Bu bu tez çalışmasında Bis-GMA / TEGDMA oranı Yu ve ark (2009) ve Gonçalves ve ark (2011)'nın çalışmaları model alınarak % 60 / 40 olarak belirlenmiştir. Deneysel olarak hazırlanan kompozit rezinlere ilave edilecek olan TiO_2 konsantrasyonları Yu ve ark (2009)'nın çalışmalarında kullandıkları oranlar olan % 0,1, % 0,25 ve % 0,5 olarak belirlenmiştir. Kompozit rezine daha yüksek oranda TiO_2 eklenmesi konusunda yapılan çalışmalara bakıldığında Aydın Sevinç ve Hanley (2010)'in nanofil kompozit rezine % 10 oranında TiO_2 ilavesinin antibakteriyel etkinliğini değerlendirdikleri çalışmalarında mekanik özellikleri değerlendirmemişlerdir. Bu tez çalışmasında kompozit rezine ilave edilecek TiO_2 konsantrasyonunu belirlemek için yapılan ön çalışmalarda % 1'den daha yüksek oranlarda TiO_2 ilave edildiğinde, 2 mm kalınlıktaki örneklerin ışık almayan yüzeylerinde polimerizasyonun tam olarak gerçekleşmediği görülmüştür. Bu nedenle TiO_2 nanopartikül oranı için üst sınır, % 1 olarak belirlenmiştir. Böylece gruplar, TiO_2 içermeyen kontrol grubu ve ağırlıkça % 0,1, % 0,25, % 0,5 ve % 1 oranlarında TiO_2 içeren deney grupları olacak şekilde beş gruptan oluşturulmuştur.

İnorganik fazda kullanılan doldurucular, kompozit rezinin fiziksel ve mekanik özelliklerini etkilemekte ve hacimsel büzülme, renk değişimi, su emilimi, mikro sızıntı, alerjik reaksiyonlar gibi olumsuz durumların önlenmesinde önemli rol oynamaktadırlar (Yüksel 2011). Doldurucu materyallerin radyoopasiteleri bir takım cam ve seramik doldurucular ile sağlanmakta, bunların içinde baryum (Ba), stronsiyum (Sr), zirkonyum (Zr) gibi ağır metaller yer almaktadır. Bununla birlikte kompozit rezin restorasyonlarda en çok kullanılan cam doldurucunun ise baryum cam olduğu bildirilmiştir (Anusavice 2003).

İnorganik partikül ve organik rezin arasındaki bağlantı kompozit rezinin mekanik özellikleri açısından oldukça önemlidir (Chen 2010). İnorganik partiküllerin genel kullanımında, önce silanlama işlemi yapılarak partiküllerin iyi ıslanması ve organik matriks ile daha iyi bağlanması sağlanmaktadır (Yüksel 2011). Kararlı bir doldurucu-matriks bağlantısı rezin içerisinde stres iletimini ve dağılımını kolaylaştırmaktadır (Calais ve Soderholm 1988, Wilson ve ark 2005). Karşıt olarak doldurucular üzerindeki yetersiz silanlama işlemi dental kompozitlerin *in vivo* ortamda bozunmasını kolaylaştırmaktadır (Yoshida ve ark 2002). Hosseinalipour ve ark (2010), kompozit rezinde silanize silika nanopartikül miktarının artışı ile esneme dayanımı arasında pozitif ilişki olduğunu belirtmişlerdir. Liu ve ark (2009) bu konudaki çalışmalarında organik matriks ile iyi bağlanmış doldurucu partiküllerin hacim olarak arttırılması yoluyla doğal diş dokusu ile karşılaştırılabilir seviyede mekanik ve fiziksel özelliklerin kompozite kazandırılabileceğini ve böylece kompozitin klinik performansı, ömrü ve dayanıklılığının geliştirilebileceğini belirtmişlerdir. Benzer şekilde silanize edilmiş doldurucu partikül içeren kompozit rezinlerin silanlanmamış doldurucu içeren kompozit rezinlere göre daha yüksek esneme dayanımı değerleri gösterdiği bildirilmiştir (Debnath ve ark 2004, Karmaker ve ark 2007). Bu bilgiler ışığında bu tez çalışmasında inorganik doldurucu olarak Yu ve ark (2009)'nın çalışmaları model alınarak % 3 oranında silanlanmış baryum cam kullanılmıştır.

Işıkla sertleşen kompozit rezinlerde fotobaşlatıcı olarak bir α-diketon olan ve 468 nm dalga boyundaki mavi ışığı absorbe eden CQ, yardımcı başlatıcı tersiyer amin ile kombine edilerek kompozit rezin ve adeziv sistemlerde sıklıkla kullanılmaktadır (Nadarajah ve ark 1997, Shin ve Rawls 2009, Schneider ve ark 2012, Valente ve ark 2013). Kompozit rezin içerisinde istenmeyen polimerizasyonu

önlemek amacıyla kullanılan hidrokinonun yalnız başına kullanıldığında renklenmeye sebep olması nedeniyle alternatif olarak bütillenmiş hidroksitoluen (BHT) kullanılmaktadır (Nadarajah ve ark 1997). Yapılan literatür taraması sonucuna göre bu tez çalışmasında fotobaşlatıcı olarak CQ, inhibitor olarak BHT ve hızlandırıcı olarak ise DMEMA kullanılmıştır (Yu ve ark 2009).

Ek olarak LED ışınlarının CQ absorbsiyon spektrumu (yaklaşık 468 nm dalgaboyu) içerisinde yüksek enerji ürettiği ve CQ içeren kompozit rezinlerin LED ile polimerizasyonunun diğer bir fotobaşlatıcı olan PPD (phenylpropanedione) içeren kompozit rezinlere göre daha hızlı başladığı bildirilmiştir (Oliveira ve ark 2012, Ogunyinka ve ark 2007). Bu tez çalışmasında kompozitlerin polimerizasyonu için ortalama gücü 1717 mW/cm^2 olan ve 395-480 nm dalga boyu aralığında çalışan LED ışık kaynağı kullanılmıştır.

Deneysel kompozit hazırlanırken kullanılan karıştırıcılar ve karıştırma işlemleri materyallerin birbiri içinde homojen dağılımlarının sağlanması açısından oldukça önemlidir. Marovic ve ark (2013), silanize silika nanopartikül ve amorf kalsiyum fosfat kullanarak deneysel kompozit rezin hazırladıkları çalışmalarında organik matriks kısmı manyetik karıştırıcı ile homojen bir karışım elde edilinceye kadar karıştırmışlar, ardından inorganik doldurucuları ekleyerek iki yönlü asimetrik karıştırma işlemi yapan (2700 rpm, 135 sn) karıştırıcı ile son karıştırma işlemini tamamlamışlardır (Marovic ve ark 2013).

Thorat ve ark (2012) cam, silika ve titanyum partikülleri ekleyerek deneysel kompozit rezin hazırladıkları çalışmalarında ise organik matriks monomerlerini üç dakika karıştırdıktan sonra fotobaşlatıcı ve hızlandırıcıyı eklemişler ve üç dakika daha karıştırmışlardır. Daha sonra inorganik doldurucuları ekleyerek 15 dakika daha karıştırdıktan sonra teflon kalıplarda düşük vakum uygulanarak karıştırma işlemini tamamlamışlardır (Thorat ve ark 2012).

Deneysel kompozit rezin hazırlanarak polimerizasyon derecelerinin değerlendirildiği bir tez çalışmasında (Oduncu 2009) organik matriksi oluşturan monomerler ağırlıkça 1:1 oranlarında kullanılmış ve 1 saat karıştırıldıktan sonra 24 saat karanlıkta bekletilmiştir. Ardından kamforokinon (CQ) ve dimetil aminometakrilat (DMEMA) maddeleri eklenmiştir. Elde edilen karışım karanlıkta 12 saat daha karıştırılmıştır. Daha sonra inorganik doldurucu kısım eklenmiş ve internal

karıştırma yapabilen Termo Haake Karıştırma cihazına alınarak karıştırma işlemine 30 ^{o}C'de 6 saat daha devam edilmiştir. Bununla birlikte kompozit rezinin deneysel olarak hazırlanması konusunda belirli bir standardın olmadığı, çeşitli araştırmalarda farklı karıştırma süreleri ve karıştırıcıların kullanılarak kompozit rezin hazırlanabildiği görülmüştür.

Bu tez çalışmasında kompozit rezin hazırlama aşamasında Oduncu (2009) tarafından tarif edilen yöntem modifiye edilerek kullanılmıştır. Bu modifikasyonun nedeni bu tez çalışmasında kullanılan karıştırıcı tiplerinin Oduncu (2009)'nun kullandığı karıştırıcıdan farklı olmasıdır. Bizim çalışmamızda kompozit rezin hazırlanırken önce likit kısmın daha sonra toz kısmın eklenmesi nedeniyle farklı iki mekanik karıştırıcı kullanılmıştır. Birinci karıştırıcı monomerlerin birbiri ile karıştırılması sırasında kullanılmakta ve düşük devirde (160 rpm) karıştırma imkanı sağlamaktadır. İkincisi ise kompozitin doldurucu kısmı eklendikten sonra artan viskozite nedeniyle yüksek devirde (3000 rpm) karıştırma yapabilmektedir. Bu tez çalışmasında belirlenen yönteme göre; kullanılan kimyasalların birbiriyle etkileşiminin ve homojenitenin sağlanması amacıyla monomerler bir araya getirildikten sonra 30 dakika düşük devirli karıştırıcı ile karıştırılmış, hızlandırıcı ve inhibitör eklendikten sonra tekrar 30 dakika karıştırılmıştır. Daha sonra silanize cam doldurucu eklenmiş ve 30 dakika yüksek devirli karıştırıcı ile karıştırılmıştır. Karıştırma işlemleri koyu renkli şişelerde gerçekleştirilmesine rağmen istenmeyen erken polimerizasyonun önlenmesi için fotobaşlatıcı ajan doldurucu yüklemesinin ardından eklenmiş ve son olarak 10 dakika daha yüksek devirli karıştırıcı ile karıştırılarak kompozit rezin hazırlama prosedürü tamamlanmıştır.

Nanopartiküllerin kontrolsüz bir şekilde bir araya gelme eğiliminde olmaları ve bu kümelenme boyutlarının mikro ölçeklere ulaşabilmesi kompozitin mekanik ve optik özelliklerini olumsuz etkileyebilmektedir. Ayrıca kümelenme aktif yüzey alanının düşmesine neden olduğundan katalitik etkinin azalması söz konusudur. Nanopartiküllerdeki kümelenmenin azaltılması ve rezin matriks içerisinde homojen dağılmını sağlamak için yüzeylerinin modifiye edilmesi gerekmektedir (Xia ve ark 2008). Sol-jel metodunun, uygulama, seçimlilik, homojenlik gibi parametreler açısından bakıldığında modifiye TiO_2'in hazırlanmasında diğer metodlara göre daha avantajlı olduğu bildirilmiştir (Kuş 2006).

Sol-jel yöntemi solüsyon ve jelleşme terimlerinin birleşmesiyle terminolojiye girmiş olup, bir çözeltinin hazırlanması, jelleşmesi ve çözücünün sistemden uzaklaştırılmasıyla cam, cam-seramik veya kompozit malzemeler üretilmesi yönteminin genel adıdır. Sol-jel yönteminde, hedef malzeme için kaynak bileşikleri içeren bir çözeltiyle işleme başlanmaktadır. Polimerlerin ve ince kolloidal taneciklerin oluşması sonucunda çözelti (sol) elde edilmekte ve daha sonra gerçekleşen tepkimeler jel oluşumuna neden olmaktadır. Düşük sıcaklıklarda çözeltinin jele dönüşmesinden sonra, kalıba alma, kaplama ve fiber çekme yöntemleriyle malzemelere şekil verilmektedir (Hench 1997).

TiO_2 nanopartiküllerinin kompozit rezinin mekanik özelliklerinin geliştirilmesi ve materyale antibakteriyel özellik kazandırılması konusunda etkisinin araştırıldığı bu tez çalışmasında TiO_2'nin yüzeyinin sol-jel yöntemi ile modifiye edilmesine ve fotokatalitik aktivitesinin azalmaması için bu kaplamanın da titanyum (Ti) tabanlı bir alkoksit ile gerçekleştirilmesine karar verildi. TiO_2'in fotokatalik özelliği göz önüne alındığında asıl fotokatalitik aktivitenin TiO_2 partiküllerinin toplam yüzey alanına değil aktif yüzeylere bağlı olarak değiştiği bildirilmiştir (Sclafani ve Hermann 1996). Her ne kadar bu yöntem ile yapılan modifikasyonda asıl katalitik etkiyi gösteren TiO_2 nanopartikülünün yüzeyi kaplanarak aktivitesinin düşmesine neden olunmuş gibi görünsede, kaplamanın Ti içerikli olmasının bu sorunu ciddi ölçüde giderebileceği düşünülmektedir.

Kompozit rezinler diş yüzeyi ve restorasyon arasında meydana gelen mikrosızıntının elimine edilememesi nedeniyle sekonder çürük için elverişli bir ortam oluşturmaktadır (Huang ve ark 2002). Bununla birlikte güncel kompozit materyallerin karyojenik bakterilere karşı inhibisyon etkisinin yok denecek kadar az olduğu ve sekonder çürüğe karşı dirençsiz oldukları bildirilmiştir (Gilmour ve ark 1997). Bu bakımdan sekonder çürüğün önlenmesine yönelik girişimlerden biri olan dental kompozit rezinlere antibakteriyel ajan ilave edilmesi klinik açıdan önem arz etmektedir (Xu ve ark 2012). Böylece kompozit rezinlere özellikle materyalden salınmayan ajanların eklenmesi ile mekanik özelliklerde zayıflamaya neden olmaksızın daha uzun dönemli antibakteriyel etki elde edilebileceği bildirilmiştir (Imazato ve ark 2003).

Dental materyallerin antibakteriyel özelliklerinin araştırıldığı birçok çalışmada agar difüzyon testi (ADT) kullanılmaktadır (Beyth ve ark 2006, 2008,

Slutzky ve ark 2007, Matalon ve ark 2009). Ancak bu yöntemde bakteriyel süspansiyonun yoğunluğu, büyüme ortamı, agarın viskozitesi, agarın saklama koşulları, her agardaki örnek sayısı, agarla örnek arasındaki kontakt ve inkübasyon süresi ve sıcaklığı gibi değişkenlerin kontrolünün zor olması ve bu yöntemin sadece çözünen materyaller için uygun olması nedeniyle sınırlı bir kullanım alanı vardır (Tobias 1998, Matalon ve ark 2004, Beyth ve ark 2007). Ek olarak ADT yönteminin yüzey inhibisyon özelliğine sahip materyaller için uygun olmadığı belirtilmiştir (Beyth ve ark 2006). Bu nedenle materyallerin antibakteriyel etkinliğini değerlendirmek için farklı yöntemler gündeme gelmiştir.

Salınım özelliği olmayan materyallerin antibakteriyel aktivitesini değerlendirmek için tasarlanan direkt kontakt testi (DKT), test edilen materyal ile mikroorganizmanın temasta olması esasına dayanmaktadır ve materyalin çözünme ya da diffüze olma özelliklerinden bağımsız olarak antibakteriyel etkinliğini sayısal olarak ölçebilmektedir (Weiss ve ark 1996, Matalon ve ark 2004). Bu tez çalışmasında farklı konsantrasyonlarda TiO_2 nanopartikülleri ilave edilen deneysel kompozit rezinlerin antibakteriyel etkinliklerinin incelenmesi amacıyla DKT kullanılmıştır.

Çürük oluşmasından sorumlu tutulan mikroorganizmalardan *S. mutans* ve *L. casei* diş çürüğünden sıklıkla izole edilen mikroorganizmalardır. Mutans streptokokları insanlarda diş çürüğünden sorumlu tutulan başlıca bakterilerdir. Bu grup mikroorganizmalar içinde insanda artmış *S. mutans* seviyesinin çürük gelişimini hızlandırdığını gösteren kanıtlar mevcuttur (Emilson 1994, Özata ve Kaya 2001). Bu konu ile ilgili çalışmalarda *S. mutans*'ın insan diş çürüğündeki birincil etken olduğu gösterilmiştir (Hamade ve Slade 1980, Loesche 1986). Laktobasil türlerinden özellikle *L. acidophilus* ve *L. casei* insanda ağız boşluğunda tükürük, dil sırtı, vestibüler mukoza ve sert damaktan izole edilebilmektedir. Bu bilgiler ışığında bu tez çalışmasında deneysel kompozit rezinlerin antibakteriyel etkinlikleri araştırılırken *S. mutans* (RSKK 676) ve *L. casei* (RSKK 731) bakterileri kullanılmıştır.

TiO_2 nanopartiküllerinin antibakteriyel özelliğinin araştırıldığı ilk çalışmada Matsunaga ve arkadaşları (1985), TiO_2-Pt katalistlerini UV ışık ile aktive ederek su içerisindeki mikrobiyal hücrelerin 1-2 saat içerisinde öldüğünü bildirmişlerdir. Bu çalışmanın ardından TiO_2 fotokatalistinin bakteriler üzerindeki etkisi üzerine yapılan

çalışmalarda nanopartiküllerin etki mekanizmaları için farklı yaklaşımlar ortaya konulmuştur. Maness ve ark (1999), TiO_2 yüzeyinde oluşan reaktif oksijen ürünlerinin, hücre membranının yapısını bozarak lipid peroksidasyon reaksiyonunu gerçekleştirdiğini ve bu sayede *E.coli* hücrelerinin ölümüne sebep olduğunu kaydetmiştir. Huang ve arkadaşları (2000) fotokatalitik reaksiyonların hücre geçirgenliğini arttırdığını ve hücre bileşenlerinin bozulan hücre membranından dışarıya çıkması sonucunda hücre ölümünün gerçekleştiğini kaydetmişlerdir.

Zhang ve ark (2003), saf TiO_2 nanopartiküllerinin ve farklı konsantrasyonlarda Ag ile kaplanmış TiO_2 numunelerinin, *Micrococcus lylae* bakterilerine karşı olan bakteriyel etkilerini araştırmışlar ve karanlık ortamda saf ve Ag ile kaplanan TiO_2'in *M. lylae*'ye karşı bakteriyel etki göstermediğini kaydetmişlerdir (Zhang ve ark 2003). *E. coli* hücreleri ile yapılan başka bir çalışmada Ag/TiO_2 fotokatalistinin karanlıkta antibakteriyel etki göstermediğini, bununla birlikte Ag/TiO_2'in UV ışığı altında (360 nm) saf TiO_2'e göre daha fazla antibakteriyel etki gösterdiğini tespit etmişlerdir (Coleman ve ark 2005). Bu tez çalışmasında antibakteriyel etkinliğin değerlendirildiği direkt kontakt testi, 365 nm dalga boyunda UV ışığı altında gerçekleştirilmiştir.

Bu tez çalışmasının sonuçlarına göre *S. mutans* ile yapılan DKT sonrası üreme inhibisyonu zamana göre değerlendirildiğinde başlangıç ölçümlerinde deney grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmazken, altıncı saatten sonra yirmi dördüncü saate kadar kontrol grubu ile % 0,25 TiO_2, % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 içeren gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık olduğu görüldü ve kontrol grubunda bu gruplardan istatistiksel olarak anlamlı derecede daha fazla bakteri üremesi görüldü. Yirmi dördüncü saat ölçümünde ise kontrol grubunda % 0,1 TiO_2 grubu dâhil olmak üzere TiO_2 içeren tüm deney gruplarından istatistiksel olarak anlamlı derecede daha fazla bakteri üremesi gözlendi. Bu sonuçlara göre altıncı saatten sonra özellikle % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 konsantrasyonlarında belli bir inhibisyon etkisinden söz edilebilir. Yirmi dördüncü saat ölçümlerinde ise kontrol grubu ile % 0,1 TiO_2 grubu arasında da istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmasının, TiO_2 nanopartikül ilavesinin uzun dönemde bakteriyel inhibisyon sağlanması açısından ümit verici olabileceğini düşündürmektedir. Bununla birlikte *S. mutans* ile yapılan DKT sonuçları genel olarak değerlendirildiğinde, % 0,1 TiO_2 % 0,25 TiO_2, % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 içeren deney grupları arasında istatistiksel olarak

anlamlı farklılık görülmemiştir. Bu sonuca göre kompozit rezine ilave edilen TiO_2'in çalışmada kullanılan tüm konsantrasyonlarının TiO_2 ilave edilmeyen kontrol grubuna göre *S. mutans* üremesi üzerindeki inhibisyon etkisi meydana getirdiğini söyleyebiliriz.

Zamandan bağımsız olarak yapılan değerlendirmeye göre kontrol grubu ile pozitif kontrol grubu arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık olmaması kontrol grubunda önemli derecede bakteri üremesi olduğunu göstermektedir. Kontrol grubu ile % 0,1 TiO_2 ve % 0,25 TiO_2 içeren gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmaması bu gruplarda da bakteri inhibisyonunun tam olarak sağlanamadığını göstermektedir. Bununla birlikte % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 konsantrasyonlarında kontrol grubuna göre istatistiksel olarak anlamlı derecede daha az bakteri üremesi gözlenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre TiO_2 ilave edilerek hazırlanan deneysel kompozit rezinlerde, *S.mutans* üzerinde üreme inhibisyonu elde etmek için kullanılması gereken minimum konsantrasyonun ağırlıkça % 0,5 TiO_2 olduğu söylenebilir.

Yapılan literatür taramasında TiO_2 ilave edilen kompozit rezinin *L. casei* üzerine antibakteriyel etkinliğinin değerlendirildiği bir çalışmaya rastlanılmamıştır. Bununla birlikte *L. casei*'nin çürük oluşumu üzerindeki etkinliğinin bilinmesi nedeniyle bu çalışmada antibakteriyel etkinlik değerlendirilirken *L. casei* de kullanılmıştır. Çalışmamızın sonuçlarına göre *L. casei* ile yapılan DKT sonrası TiO_2 içeren kompozitlerin zamana göre inhibisyon etkisi değerlendirildiğinde başlangıç ölçümünde kontrol grubunda TiO_2 içeren deney gruplarına göre istatistiksel olarak anlamlı derecede fazla bakteri üremesi gözlendi. Üçüncü saatten sonra ise yirmi dördüncü saate kadar kontrol grubu ile deney grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık gözlenmedi. Bu sonuçlara göre TiO_2 içeren deneysel kompozit rezinlerin *L. casei* üzerinde yirmi dört saatlik test süresince inhibisyon etkisinin olmadığı görülmektedir *L. casei* bakteri üreme inhibisyonunun zamandan bağımsız olarak değerlendirilmesi sonucunda da kontrol grubu ile TiO_2 ilave edilen deney grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılığa rastlanılmamıştır.

S. mutans ve *L. casei* ile yapılan DKT sonrası elde edilen sonuçlar karşılaştırıldığında; kompozit rezine TiO_2 ilavesi 24 saatlik test süresinde altıncı saatten sonra *S. mutans* üzerinde üremeyi inhibe edici etki gösterirken *L. casei*

üzerinde inhibisyon sağlayamamıştır. Birçok çalışmada farklı mikroorganizmaların restoratif materyallerdeki aynı antibakteriyel ajana karşı farklı duyarlılık derecelerine sahip oldukları gösterilmiştir (Karaniika-Kouma ve ark 2001, Slutzky ve ark 2006, Beyth ve ark 2007, Davies 2007). Bu tez çalışmasında elde bu sonucun nedeni olarak *S. mutans* ile *L. casei*'nin TiO_2'e karşı farklı seviyede duyarlılık göstermiş olabileceği düşünülebilir. Bununla birlikte sadece 24 saat olan test süresinin ve ağırlık olarak en fazla % 1 oranında kullanılan TiO_2 konsantrasyonlarının *L. casei* üzerinde inhibisyon sağlamak için yeterli olmayabileceği de düşünülebilir. Sonuç olarak TiO_2 nanopartikül ilavesinin *L. casei* üzerine inhibisyon etkisinin daha uzun süreli testlerle değerlendirilmesi gerektiği söylenebilir.

Aydın Sevinç ve Hanley (2010), nanofil doldurucu içeriğine sahip kompozit rezine % 10 TiO_2 nanopartikülleri ilave ettikleri çalışmalarında TiO_2 içermeyen grupla karşılaştırıldığında *S. sobrinus* üzerinde anlamlı bir biyofilm inhibisyonu gözlenmediğini belirtmişlerdir. Bu sonucu bir fotokatalist olan TiO_2 ile yapılan deneylerde UV ışık kullanılmamasına bağlamışlardır.

Kompozit rezine triklosan ilave edilerek antibakteriyel etkinliğinin değerlendirildiği bir çalışmada DKT'nin modifiye edilmesi ile oluşturulan *Bacterial Suspension Within Materials* (BSWM) testi kullanılmıştır. Bu çalışmada triklosan içermeyen kontrol grubunda antibakteriyel etki elde edilmezken ağırlıkça % 0,3 triklosan içeren deney grubunun *S. mutans*'a karşı 12 saat sonra, *A. viscosus*'a karşı 24 saat sonra ve *L. casei*'ye karşı 48 saat sonra antibakteriyel etkinlik gösterdiği bildirilmiştir (Rathke ve ark 2010). Çalışmadaki inhibisyon etkisinin değişen zaman aralıklarıyla ortaya çıkmasını farklı mikroorganizmaların triklosan içeren kompozitlere karşı farklı duyarlılık derecesi göstermiş olabileceklerine bağlamışlardır. *L. casei*'nin triklosan içeren rezin kompozite karşı en dirençli bakteri olduğunu ve bu bakteri üzerindeki inhibisyon etkisinin ancak 48 saat sonra gözlenebilmesinin buna bağlı olduğunu belirtmişlerdir. Bu tez çalışmasında deneysel kompozit rezinlere, sol-jel metodu ile yüzeyi modifiye edilen TiO_2 nanopartikül ilave edildikten sonra, *S. mutans* ve *L. casei*'ye karşı antibakteriyel etkinliği DKT yöntemi ile değerlendirilmiştir. Bununla birlikte TiO2'in kompozit rezine ilave edilmesi konusunda standart bir uyygulama olmadığı ve çeşitli şekillerde hazırlanarak kompozit rezine ilave edilebildiği görülmektedir. Bu da elde edilen sonuçların literatür ile farklılıklar göstermesinin nedeni olabilir.

Dental kompozit rezinlerin mekanik özelliklerini çeşitli faktörler etkileyebilmektedir. Bu faktörler; organik rezin matriksin içeriği (Asmussen ve Peutzfeldt 1998), inorganik doldurucuların silanlanıp silanlanmaması (Mohsen ve Craig 1995), inorganik doldurucu boyutu, şekli, kompozisyonu olarak sıralanabilir. Belirlenen özelliklere göre üretilmiş materyalin değişen çevresel koşullar altında nasıl davranacağını önceden tespit etmek amacıyla kompozit rezinler çeşitli mekanik testlere tabi tutulmaktadırlar (Yüksel 2011).

Yüzey sertliği materyalin kesilebilme, bitim ve polisaj işlemlerinin kolaylığı ve çizilmeye karşı direncini etkilemektedir ve dental restorasyonlar için oldukça önemli bir parametredir. Kompozit rezinlerin yüzey sertliğinin belirlenmesinde çeşitli metodların kullanılabildiği gözlenmektedir (Pagniano ve Johnston 1993, Taşveren 2005). Vicker's ve Knoop testleri bunların içinde en çok kullanılan test yöntemleridir (Shahdad ve ark 2006). Poskus ve arkadaşları (2004) yaptıkları çalışmada kompozit rezinlerdeki Knoop ve Vicker's sertlik değerlerini karşılaştırmışlar ve her iki sertlik ölçüm yönteminin birbirleriyle pozitif korelasyon gösterdiğini belirtmişlerdir. Bu bilgiler ışığında bu tez çalışmasında deneysel kompozit rezinlerin yüzey sertliğinin belirlenmesinde Vicker's sertlik ölçme yöntemi kullanılmıştır.

Xia ve ark (2008), TiO_2 nanopartiküllerinin yüzeyini organosilan ile kapladıktan sonra kompozit rezine ekledikleri çalışmalarında % 0,5 ve % 1 oranlarında TiO_2 ilavesinin yüzey sertliğini istatistiksel olarak anlamlı derecede artırdığını bildirmişlerdir. Bu artışın nedenini olarak artan doldurucu miktarı ve yüzey modifikasyonu sayesinde daha homojen bir yüzeyin elde edilmesine bağlamışlardır. Ayrıca nanopartiküllerdeki kümelenmenin hala mevcut olduğunu ve yeni yöntemlerle bu sorunun giderilebileceğini belirtmişlerdir (Xia ve ark 2008).

Sun ve ark (2011) TiO_2 nanopartikül yüzeylerini akrilik asitle modifiye ettikleri çalışmalarında, kompozit rezine düşük oranlarda ilave edilen TiO_2'nin, deneysel kompozit rezin örneklerde yüzey sertliğini istatistiksel olarak anlamlı derecede artırdığını belirtmişlerdir. Bunun nedeni olarak modifiye edilen nanopartiküllerin rezin içerisine daha fazla çapraz bağ yaparak tutunmalarını göstermişlerdir (Sun ve ark 2011). Bu tez çalışmasında farklı konsantrasyonlarda TiO_2 eklenen grupların hepsinde kontrol grubuna göre istatistiksel olarak anlamlı

derecede daha sert bitim yüzeyi elde edilmiştir. Kompozit rezinlerde önemli başarısızlık nedenlerinden biri olan aşınma miktarı; inorganik partiküller arasındaki organik matriksin oranı ve partiküller arasında daha az dirençli alanlar oluşması ile değişmektedir (Benderli ve Yücel 1994). Bununla birlikte aşınma direnci ile yüzey sertliği birbiriyle yakından ilişkili faktörlerdir (Benderli ve Yücel 1994). Elde edilen sonuçlara göre, kompozit rezine TiO_2 nanopartikül ilavesinin aşınmaya karşı dirençli kompozit rezin yüzeyi elde edilmesinde etkili bir yöntem olabileceği düşünülmektedir.

Dental restorasyonların bitim yüzeyinin düzgün olması oldukça önemlidir. Düzgün yüzeyli restorasyonlar gingival enflamasyon, sekonder çürük ve yüzey renklenmesinin oluşmasına neden olabilecek bakteri plağının tutunmasını engelleyebilirler (Marigo ve ark 2001, Münchow ve ark 2012). Yüzey özellikleri materyalin performansı hakkında önemli bilgiler vermekte ve restorasyonun ömrünü etkilemektedir (Yap ve ark 1997). Bununla birlikte yüzey pürüzlülüğünün belirlenmesinde en önemli parametrelerden birisi yüzey pürüzlülüğü testidir (Ferracane ve ark 1997, Mandikos ve ark 2001). Bu tez çalışmasında deneysel kompozit rezinlerin yüzey pürüzlülüğünün belirlenmesinde dijital profilometre ile yüzey pürüzlülüğü testi yapılmış ayrıca yüzey özellikleri SEM ile incelenmiştir.

Bu tez çalışmasında yüzey pürüzlülüğü testi sonrası en yüksek pürüzlülük değeri % 1 TiO_2 grubunda elde edilmiş ve bu değer en düşük değerin elde edildiği % 0,1 TiO_2 grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede farklı bulunmuştur. Bununla birlikte kontrol grubu ile deney grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık görülmemiştir. TiO_2 nanopartikül ilavesinin yüzey pürüzlülüğünün azaltılmasında herhangi bir etkisinin olmadığı görülmüştür. Yapılan literatür taramasında TiO_2 nanopartikül ilavesinin kompozit rezinlerin yüzey pürüzlülüğü üzerine etkisini değerlendiren çalışmaya rastlanılmamıştır. Bu sebeple elde edilen sonuçların benzer çalışmalarla karşılaştırılma imkânı bulunamamıştır.

Bunun yanı sıra hazırlanan deneysel kompozit rezinlerin yüzey özelliklerini değerlendirmek amacıyla elde edilen SEM görüntülerine göre tüm deney gruplarında inorganik doldurucu ve organik matriks fazlarının homojen şekilde dağılım gösterdiği ve gruplar arasında belirgin farklılıklar olmadığı görülmüştür. Bu sonuç TiO_2 nanopartiküllerinin rezin matriks içerisinde homojen dağılımını sağlamak

amacıyla yüzeylerinin modifiye edilmiş olmasına ve kompozit rezin hazırlanırken kullanılan karıştırıcıların etkinliğine bağlanabilir. Bunun yanı sıra nanopartiküllerde meydana gelmesi muhtemel kümelenmelerin görülmemesi, bu tez çalışmasında kullanılan karıştırma prosedürünün inorganik partiküllerin homojen dağılımını sağlamadaki başarısına bağlanabilir.

Restoratif materyallerin fiziksel özellikleri materyal seçiminde ve klinik uygulama alanının belirlenmesinde oldukça önemlidir. Yüksek sıkışma ve esneme dayanımına sahip restoratif materyallerin posterior bölgedeki okluzal kuvvetlere karşı daha dayanıklı olması beklenmektedir (Anusavice 2003). Materyallerin mekanik özelliklerinin belirlenmesinde iki yönlü esneme testleri sıklıkla kullanılmaktadır (O'Donnell ve ark 2008). Bununla birlikte esneme dayanımını ölçmek amacıyla genellikle iki yönlü esneme testlerinden üç nokta bükme testi kullanılmaktadır (Lu ve ark 2005, Zhang ve ark 2013). Materyaldeki minimal değişimleri ölçmek adına esneme dayanımının sıkışma dayanımına göre daha hassas bir yöntem olduğu belirtilmiştir (Yap ve Teoh 2003). Ayrıca dört nokta yükleme testine göre yüzey kusurlarına daha az hassas olduğu ve örneklerin hazırlanma aşamasından ziyade test edilen materyalin özelliklerine odaklandığı belirtilmiştir (Vallittu 2004, Rönnlöf ve ark 2011, Zhang ve Matinlinna 2012). Bu tez çalışmasında kompozit rezinlerin esneme dayanımının belirlenmesi için üç nokta bükme testi uygulanmıştır. Bu testten elde edilen verilerle elastisite modülü de hesaplanabilmektedir. Elastisite modülü gerilim-uzama eğrisinde doğrusal ya da elastik bölgedeki gerilimin uzamaya oranı olarak tarif edilir. Yüksek elastisite modülüne sahip kompozitler, genellikle polimerizasyon sırasında daha fazla polimerizasyon stresleri oluşturmaktadır. Partikül miktarı fazla olan kompozitlerin elastisite modülleri yüksek olduğu için hacimsel büzülme miktarı azalmakta, buna bağlı olarak da kompozit-dentin ara yüzünde büzülme stresleri artmaktadır (Yüksel 2011). Bu tez çalışmasında farklı konsantrasyonlarda TiO_2 ilave edilen gruplar arasında en yüksek esneme dayanımı değeri % 1 TiO_2 grubunda elde edilmesine rağmen kontrol grubu ve diğer deney grupları ile aralarında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmamıştır. Elde edilen elastisite modülü değerlerine göre ise kontrol grubu ile farklı konsantrasyonlarda TiO_2 içeren deney grupları arasında da istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmamıştır. Bu sonuçlara göre % 1 oranında TiO_2 ilavesi ile yüzey sertliğinde artış gözlenirken bu artışın esneme

dayanımını geliştirecek oranda olmadığı sonucuna varılabilir. Benzer şekilde % 0,25 TiO_2 grubunda elastisite modülü açısından artış gözlense de bu artışın istatistiksel olarak anlamlı farklılık oluşturacak düzeyde olmadığı görülmüştür.

Sun ve ark (2011) TiO_2 nanopartikül yüzeylerini akrilik asitle modifiye ettikleri çalışmalarında, düşük oranlarda ilave edilen TiO_2'nin, deneysel kompozit rezin örneklerde esneme dayanımını istatistiksel olarak anlamlı derecede arttırdığını belirtmişlerdir. Modifiye edilen TiO_2 gruplarında, TiO_2 oranı arttıkça esneme dayanımının da orta derecede arttığı bildirilirken modifiye edilmeyen gruplarda oran arttıkça esneme dayanımının azaldığı belirtilmiştir (Sun ve ark 2011). Bunun nedenini yüzeyi modifiye edilerek kullanılan TiO_2 nanopartiküllerinin rezin içinde homojen dağılım göstermesi ve nanopartiküllerin yüzeyi modifiye edilmeden kullanılması durumunda ise kümelenerek rezinin yapısını zayıflatması şeklinde açıklamışlardır (Sun ve ark 2011).

Xia ve ark (2008), TiO_2 nanopartiküllerinin yüzeyini organosilan ile kapladıktan sonra TiO_2'i kompozit rezine % 0,5 ve % 1 TiO_2 oranlarında ekledikleri çalışmalarında, % 1 oranında TiO_2 eklenen grupta kontrol grubuna göre esneme dayanımında istatistiksel olarak anlamlı derecede artış gözlemlemişlerdir. Bu sonucu, yüzey modifikasyonunun nanopartiküllerin matriks içinde dağılımını ve doldurucu ile matriks arasındaki bağlantıyı güçlendirmesi şeklinde açıklamışlardır (Xia ve ark 2008). Bununla birlikte % 0,5 TiO_2 ilave edilen grup ile kontrol grubu arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık olmadığını, sonuç olarak modifiye TiO_2 ilavesinin kompozit rezinin esneme dayanımını orta derecede geliştirdiğini belirtmişlerdir (Xia ve ark 2008).

Marovic ve ark (2013), kompozit rezinlere silanize nanosilika partikül ekleyerek yaptıkları çalışmalarında doldurucu hacim oranının doldurucu kütlesine göre mekanik özellikler üzerinde daha belirleyici bir faktör olduğunu bildirmişlerdir. Bunun yanı sıra % 5 ve % 10 oranlarında nanopartikül ilavesinin esneme dayanımı üzerinde istatistiksel olarak anlamlı değişikliğe neden olmadığını bulmuşlar ve bu sonucu nanopartikül ilavesinin esneme dayanımını artıracak kadar toplam doldurucu hacmini artıramamasına bağlamışlardır (Marovic ve ark 2013).

Su emilimi, dental materyallerin fiziksel ve mekanik özelliklerinin bozulmasında önde gelen faktörlerden biridir ve klinik uygulamalar açısından

oldukça önemlidir. Su emiliminin, doldurucu ile matriks arasındaki bağlantıyı bozarak kompozit rezinde fonksiyon ve yapısal hasara yol açtığı, böylece mekanik ve fiziksel özelliklerde zayıflamaya neden olduğu bildirilmiştir (Alipinjg ve ark 2004, Curtis ve ark 2008, Zhang ve Xu 2008). Ayrıca su emiliminin, silan hidrolizi ve mikro çatlakların oluşumu yoluyla kompozit restorasyonların ömrünün azalmasına neden olabileceği belirtilmiştir (Üçtaşlı ve Erten 2004, Dural 2009). Bu sebeplerden ötürü kompozit rezin materyallerin su emilimi karakteristiklerini incelemek oldukça önemlidir (Dural 2009). Kompozit rezinlerin su emilimi rezin matriks, inorganik doldurucu ve matriks ile doldurucu ara yüzeyinin özelliklerine bağlı olarak değişebilmektedir. Kompozit rezinlerde inorganik doldurucu partiküllerin eklenmesiyle organik matriks miktarı azaltılmış bu nedenle kompozit rezinlerin su emilimi (0,3 - 0,9 mg/cm^2) akrilik rezinlere göre (2 mg/cm^2) daha düşük bulunmuştur (Dayangaç 2000). Daha yüksek oranda doldurucu partikül içeriği, daha düşük oranda rezin matriks kullanılmasına neden olduğundan, yüksek doldurucu içeriğe sahip kompozitlerde su emilim miktarının azaldığı bildirilmiştir (Fortin ve Vargas 2000, Kahraman 2005).

Çözünürlük bir maddenin başka bir madde içinde çözünmesi anlamına gelmektedir. Çözünürlükle birlikte kompozitin yüzeyinden iyonlar ya da doldurucu partiküller kadar oligomer ve artık monomerlerin de salınımının da söz konusu olduğu bildirilmiştir (da Silva ve ark 2010). Çözünürlüğün kompozit rezinin mekanik özelliklerini ve restorasyonun marjinal devamlılığını olumsuz etkilediği ve böylece sekonder çürük oluşumu için uygun bir ortam oluşabileceği belirtilmiştir (Yüksel 2011). Kompozit rezinlerin su emilimi sonrasında ortaya çıkan higroskopik genişlemenin, rezinin polimerizasyon büzülmesini ve bunun sonucu oluşan stresleri bir bakıma giderebildiği bidirilmiştir (Van Meerbek ve ark 2006). Azalan polimerizasyon büzülmesinin yanında, su emiliminin kompozit rezinlerin renk stabilitesinde ve mekanik özelliklerinde zayıflamaya neden olabileceği belirtilmiştir (Van Meerbek ve ark 2006). Bununla birlikte kompozit rezinlerin su emiliminin organik matriks ve doldurucuların özelliklerine ve organik matriks-doldurucu arasındaki ara yüzün özelliklerine bağlı olarak değiştiği bildirilmiştir (Buchalla ve ark 2002, Asaoka ve Hirano 2003, Skrtic ve Antonucci 2003, Vichi ve ark 2004).

Bu tez çalışmasında dental kompozit rezinlerin uzun ömürlü olması açısından önemli parametrelerden olan su emilimi ve suda çözünürlük testleri uygulanmıştır.

Elde edilen sonuçlara göre % 1 TiO_2 grubu kontrol grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede daha az su emilimi göstermiştir. Buna göre; inorganik doldurucu oranının artması ile su emilimi değerinin kontrol grubuna kıyasla yalnızca % 1 TiO_2 grubunda azaldığı, % 1 TiO_2 ilavesinin kompozit rezinlerde yıkıcı değişimlere neden olan su emilimini azaltabileceği söylenebilir. Yapılan literatür taraması sonucu TiO_2 ilave edilmesinin ardından kompozit rezinlerin su emilimi ve suda çözünürlük verilerini değerlendiren herhangi bir çalışmayla karşılaşılmamıştır.

Bununla birlikte farklı konsantrasyonlarda TiO_2 ilave edilen deney grupları suda çözünürlük açısından değerlendirildiğinde % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 içeren grupların suda çözünürlüğünün diğer gruplara göre daha az olduğu gözlenmiştir. Bu sonuç % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 içeren deney gruplarının daha fazla olan nano doldurucu içeriğine ve bu doldurucuların organik matriks içerisinde homojen şekilde dağılmasına bağlanabilir.

Janda ve ark (2007), kompozit, kompomer ve ormoserden oluşan 12 farklı ürünün su emilimi ve çözünürlüklerini değerlendirdikleri çalışmalarında, doldurucu içerik ile su emilimi arasında anlamlı ilişki olduğunu bildirmişlerdir (Janda ve ark 2007). Elde ettikleri sonuçlara göre; doldurucu içeriği yüksek olan kompozitlerde organik matriks içeriği azaldığından, su emilimi değerlerinin de azaldığını ve kompozitlerin su emiliminde belirleyici olan faktörün, organik matriks fazından çok inorganik faz olduğunu belirtmişlerdir (Janda ve ark 2007).

Mirsasaani ve ark (2013), deneysel olarak hazırladıkları ve farklı miktarlarda nanodoldurucu içeriğe sahip kompozit rezinlerin su emilimi ve suda çözünürlüklerini değerlendirdikleri çalışmalarında doldurucu içeriği yüksek gruplarda daha az su emilimi ve suda çözünürlük değerleri elde edildiğini bildirmişlerdir. Bu sonucu doldurucu içeriğin artması ile organik matriks kısmının azalmasına bağlamışlardır.

Rüttermann ve ark (2008), nano ve mikrohibrit içeriğe sahip iki deneysel kompozit ile piyasada bulunan nanofil ve mikrohibrit içerikli iki kompozitin mekanik özelliklerini karşılaştırdıkları çalışmalarında, nano doldurucu içeriğe sahip deneysel kompozitin aynı oranda doldurucu içeriğe sahip deneysel mikrohibrit kompozitten çok daha fazla su emilimi gösterdiğini bildirmişlerdir. Bunun nedeni olarak nano doldurucu içeriğin kümelenme göstermesi ve bu kümelenmelerin pöröz yapısının su emilimi için uygun ortam oluşturmasını göstermişlerdir (Rüttermann ve ark 2008).

Bu çalışmadan farklı olarak bizim çalışmamızda % 1 TiO_2 ve % 0,5 TiO_2 gruplarında su emilimi değerlerinin kontrol grubuna göre daha az bulunmuştur. Bu sonuç deneysel kompozit rezin hazırlama sürecinde, TiO_2 nanopartiküllerinin matriks içerisinde homojen dağılımının sağlanabilmesine ve böylece muhtemel kümelenmelerin görülmemesine bağlanabilir.

Diş hekimliği alanında bağlanma dayanımı testleri yeni ürünlerin ve deneysel değişkenlerin gözlenmesi açısından kullanışlı ve gerekli testlerdir. Laboratuvar şartları altında adezyon analizleri bir çok test metodunu içermektedir (Van Noort ve ark 1989, Braga ve ark 2010). Bağlanma yüzeyine uygulanan mekanik testler ise yapısal farklılıkların tanımlanmasında ve uygulama aşamalarına rehberlik etmede önemli bilgiler sağlamaktadırlar. Bu sayede *in vitro* olarak materyalin gerilim, burma, kopma veya kesme streslerine karşı olan bağlanma dayanımı değerlendirilebilmektedir (Van Noort ve ark 1989, Braga ve ark 2010).

Mikrogerilim bağlanma dayanım testinde 0,25 ile 1 mm^2 büyüklüğündeki örnek yüzeylerinde meydana gelen stresler ölçülebilmektedir. Mikrogerilim bağlanma dayanım testinde, geleneksel makaslama ve gerilim testlerine göre daha yüksek bağlanma dayanım değerleri ve çok düşük varyasyon katsayısı elde edilerek güvenilir sonuçların ortaya çıktığı bildirilmektedir. Ayrıca bu testin uygulanmasıyla dentinde koheziv başarısızlıkların sayısı da yok denecek kadar azaltılmıştır (Sano ve ark 1994). Birçok çalışmada dişin farklı bölgelerinde ve farklı derinliklerde bağlanma dayanımının ölçülebileceğini ve aynı dişten elde edilen birden fazla örneğin test edilebileceğini bildirmişlerdir (Fernandes ve ark 1998, Terada ve ark 1998). Bu tez çalışmasında hazırlanan deneysel kompozit rezinlerin bağlayıcı ajana, dolayısıyla dentine bağlanma dayanımı mikrogerilme bağlanma dayanımı testi ile süt dişi dentini kullanılarak değerlendirilmiştir. Bu test için dentin bağlayıcı ajan olarak kullanım kolaylığı ve teknik hassasiyetinin daha az olması nedeniyle klinik uygulamalarda tercih edilen ve pedodonti alanında sıklıkla kullanılan self etch bir adeziv sistem olan Clearfil SE Bond kullanılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre farklı konsantrasyonlarda TiO_2 ilave edilerek hazırlanan deneysel kompozit rezinler ile kontrol grubu arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmamıştır. Bu tez çalışmasında elde edilen sonuçlara göre kompozit rezin deneysel olarak hazırlanmış olmasına rağmen hazırlama prosedürünün homojen bir karışım sağlama ve klinikte kullanılan bir bağlayıcı ajana bağlanabilmesi açısından başarılı olduğu söylenebilir.

Hazırlanan deneysel kompozit rezin yüzeylerinin taramalı elektron mikroskobu ile incelenmesi sonucu elde edilen görüntülere göre TiO_2 ilave edilen gruplarda görülmesi muhtemel olan nanopartikül kümelenmelerine rastlanılmamıştır ve gruplar arasında belirgin farklılıklar gözlenmemiştir. Nanopartiküllerde yaygın olan kümelenme eğiliminin bu tez çalışmasında hazırlanan kompozit rezinlerde gözlenmemesi, TiO_2 nanopartiküllerinin sol-jel tekniği ile kompozit rezine eklenmesi ve karıştırma işlemlerinin kompozitin organik ve inorganik yapıları arasındaki homojenliği sağlamada başarılı olmasıyla ilişkilendirilebilir.

5. SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu tez çalışmasından elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi sıralanmaktadır;

- Kompozite rezine ilave edilen TiO_2 nanopartiküllerinin, *S.mutans* üzerinde altıncı saatten sonra kontrol grubuna göre inhibisyon etkisi meydana getirdiği, bununla birlikte *L. casei* üzerinde test edilen süre boyunca (24 saat) inhibisyon etkisi göstermediği gözlendi.
- SEM görüntülerine göre kompozit rezinlere TiO_2 nanopartikül ilave edilmesi amacıyla kullanılan sol-jel yönteminin, nanopartiküllerin rezin içerisinde homojen dağılımını sağlama açısından başarılı olduğu görüldü.
- TiO_2 nanopartikül ilavesinin kompozit rezinin yüzey sertliği değerlerini TiO_2 içeren tüm gruplarda kontrol grubuna kıyasla istatistiksel olarak anlamlı derecede arttırdığı gözlendi.
- Yüzey pürüzlülüğü değerlerinin kompozit rezine TiO_2 ilavesi ile sadece % 1 TiO_2 grubunda arttığı, diğer gruplar arasında ise istatistiksel olarak anlamlı farklılık olmadığı gözlendi.
- Esneme dayanımını ve elastisite modülünü belirlemek amacıyla yapılan üç nokta bükme testi sonrası gruplar arası anlamlı farklılık görülmedi.
- Kompozit rezine TiO_2 ilave edilmesinin su emilimini % 1 TiO_2 grubunda kontrol grubuna göre azalttığı, TiO_2 içeren deney grupları arasında ise istatistiksel olarak anlamlı fark olmadığı görüldü.
- Deneysel kompozit rezinlere TiO_2 nanopartikül ilavesinin % 0,5 TiO_2 ve % 1 TiO_2 gruplarında kontrol grubuna göre suda çözünürlüğü istatistiksel olarak anlamlı derecede azalttığı gözlendi.
- TiO_2 nanopartikül ilavesinin kompozit rezinin, süt dişi dentinine bağlanma dayanımı değerlerini etkilemediği gözlendi.

Sonuç olarak diş hekimliğinde sıklıkla kullanılan restoratif materyallerden olan kompozit rezinlerin mekanik ve antibakteriyel açıdan güçlendirilmesi daha başarılı ve uzun ömürlü restorasyonların yapılabilmesine imkân tanıyacaktır. Bununla birlikte sonuçların kıyaslanabilmesi için TiO_2 nanopartikül ilave edilmesinde kullanılan yöntemin, farklı konsantrasyonların ve test sürelerinin

antibakteriyel ve mekanik özelliklere etkisi ile ilgili çalışmalara ihtiyaç olduğunu düşünülmektedir. Ayrıca TiO_2 ilavesinin mekanik ve antibakteriyel özelliklerde meydana getirdiği değişimlerin mekanizmasının anlaşılması için daha fazla çalışma yapılması ve TiO_2 içeren kompozit rezinlerin *in vivo* çalışmalarla uygulanabilirliğinin araştırılması gerekmektedir.

6. ÖZET

T.C.

SELÇUK ÜNİVERSİTESİ

SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Rezin Esaslı Dental Materyallere Nanopartikül İlavesinin Antibakteriyel Etkinliğe ve Mekanik Özelliklere Etkisinin *İn Vitro* Olarak Araştırılması

Zeynep YEGİN

Pedodonti Anabilim Dalı

DOKTORA TEZİ / KONYA-2013

Bu tez çalışmasında deneysel olarak hazırlanan kompozit rezin materyale nanopartikül ilavesinin *Streptococcus mutans* ve *Lactobacillus casei* üzerine antibakteriyel etkisinin değerlendirilmesi ve materyalin mekanik özelliklerinin *in vitro* olarak incelenmesi amaçlanmıştır.

Deneysel olarak hazırlanan dental kompozit rezin materyallere % 0,1, % 0,25, % 0,5 ve % 1 oranlarında TiO_2 nanopartikülleri sol-jel yöntemi ile ilave edildi. Kontrol grubuna TiO_2 ilave edilmedi. TiO_2 ilavesinin *Streptococcus mutans* ve *Lactobacillus casei* üzerinde antibakteriyel etki gösterip göstermediği Direkt Kontakt Testi (DKT) ile değerlendirildi. TiO_2 ilavesinin mekanik özelliklere etkisinin incelenmesi için yüzey sertliği, yüzey pürüzlülüğü, esneme dayanımı, su emilimi ve suda çözünürlük testleri ile birlikte süt dişi dentinine bağlanma dayanımı değerlendirildi. Farklı konsantrasyonlarda TiO_2 nanopartikül ilavesinin kompozit rezinde meydana getirdiği yüzey değişiklikleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile değerlendirildi.

Çalışmada deneysel olarak hazırlanan kompozit rezinin antibakteriyel etkinliği değerlendirildiğinde TiO_2 nanopartikül ilavesinin *S. mutans* üzerinde inhibisyon etkisi olduğu, *L. casei* üzerinde ise belirgin bir antibakteriyel etkisinin olmadığı görüldü. Mekanik özelliklerin test edilmesi sonucunda, TiO_2 nanopartikül ilavesi ile yüzey sertliği ve yüzey pürüzlülüğünde kontrol grubuna göre istatistiksel olarak anlamlı artış meydana geldiği gözlendi. Esneme dayanımı ve süt dişi dentinine bağlanma dayanımı sonuçlarına göre kontrol grubu ile deney grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmadı. Bununla birlikte su emilimi ve suda çözünürlük değerlerinde ise kontrol grubuna göre istatistiksel olarak anlamlı derecede azalma olduğu görüldü. SEM ile yapılan incelemeler sonucu farklı konsantrasyonlarda TiO_2 nanopartikül ilavesinin deneysel kompozit rezinde

belirgin bir yüzey değişikliğine neden olmadığı ve nanopartiküllerin rezin içerisinde homojen olarak dağıldığı gözlendi.

Anahtar sözcükler: antibakteriyel ajan; bağlanma dayanımı; esneme dayanımı; kompozit rezin; sertlik; su emilimi; titanyum dioksit; yüzey pürüzlülüğü

7. SUMMARY

Investigation Of Influence On Antibacterial Activity And Mechanical Properties Of Nanoparticle Incorporation In Resin Based Dental Materials *In Vitro*

The purposes of this *in vitro* study was to evaluate the antibacterial effect of an experimental composite resin prepared by the addition of nanoparticles in *Streptococcus mutans* and *Lactobacillus casei* and investigate the mechanical properties of the material.

Dental composite resin materials prepared experimentally and 0.1%, 0.25%, 0.5% and 1% TiO_2 nanoparticles was added by the sol-gel method. TiO_2 was not adding to the control group. Antibacterial effect of the addition of TiO_2 on *Streptococcus mutans* and *Lactobacillus casei* was evaluated by the direct contact test (DCT).

To investigate the effect of the addition of TiO_2 on mechanical properties, surface hardness, surface roughness, flexural strength, water absorption and solubility tests were used and microtensile bond strength of the material to primary tooth dentin was evaluated. Composite resin's surface changes caused by the addition of different concentrations of TiO_2 nanoparticle were evaluated by scanning electron microscopy (SEM).

In this study, evaluation of antibacterial properties of an experimental composite resin was prepared by the addition of TiO_2 nanoparticles showed inhibitory effect on *S. mutans* and no significant antibacterial effect on *L. casei*. According to mechanical tests, as a result of the addition of TiO_2 nanoparticles increased surface hardness and surface roughness while, no changes were observed on flexural strength and microtensile bond strength to primary tooth dentin. Additionally, a decrease in water sorption and water solubility was observed. According to SEM investigation, the addition of different concentrations of TiO_2 nanoparticles at experimental composite resins does not cause a significant change in the composite surface and homogeneously dispersed nanoparticles were observed.

Key words: anti-bacterial agents; composite resins; flexural strength; hardness; surface roughness; tensile strength; titanium dioxide; water absorption

8. KAYNAKLAR

Abamor EŞ. Gümüş (Ag) ve titanyum dioksit (TiO2) nanopartiküllerinin kütanöz leishmaniasis etkeni L. tropica parazitleri üzerindeki antileishmanial etkilerinin incelenmesi. Yıldız Teknik Üniversitesi, FBE Biyomühendislik Anabilimdalı (Yüksek Lisans Tezi), İstanbul 2010.

Addy M, Handley R. The effects of the incorporation of chlorhexidine acetate on some physical properties of polymerized and plasticized acrylics. J Oral Rehabil. 1981;8(2):155-63.

Ağaçkıran E. Bir antibakteriyel adeziv sistemin ve farklı kavite dezenfektanlarının S. mutans, L. acidophilus ve C. Albicans üzerine etkilerinin incelenmesi. Dicle Üniversitesi, Pedodonti Anabilim Dalı, Diyarbakır 2009.

Aliping-McKenzie M, Linden RWA, Nicholson JW. The effect of Coca-Cola and fruit juices on the surface hardness of glass-ionomers and 'compomers'. J Oral Rehabil. 2004;31(11):1046–52.

Antonucci JM, Stansbury JW. Molecular Designed Dental Polymers, In: Arshady R, Editor, Desk Reference of Functional Polymers: Synthesis and Application, American Chemical Society Publication. 1997;719-38.

Anusavice KJ. Phillips' Science of Dental Materials, Eleventh Ed., WB Saunders Comp China. 2003.

Arcis RW, Lopez-Macipe A, Toledano M, Osorio E, Rodriguez-Clemente R, Murtra J ve ark. Mechanical properties of visible light-cured resins reinforced with hydroxyapatite for dental restoration. Dent Mater. 2002;18(1):49-57.

Asaoka K, Hirano S. Diffusion coefficient of water through dental composite resin. Biomaterials. 2003;24:975-979.

Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. Dent Mater 1998;14(1):51-6.

Ateş G. Beş farklı dual-cure yapıştırıcı rezin simanın değişik kompozit ve porselen kalınlıkları altında polimerizasyon etkinliğinin karşılaştırılması, Doktora Tezi, H Ü Sağ Bil Protez Prog, Ankara. 2002.

Attar N, Çiftçi YA. Comparison of the Flexural Strength and Elastic Modulus of Condensable and Hybrid Composite Resins. Hacettepe Dişhekimliği Fakültesi Dergisi. 2006;30(1):42-50.

Aydın Sevinç B, Hanley L. Antibacterial activity of dental composites containing zinc oxide nanoparticles. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2010;94(1):22-31.

Bagis YH, Rueggeberg FA. The effect of post-cure heating on residual, unreacted monomer in a commercial resin composite. Dent Mater. 2000;16(4):244-247.

Barbucci R. Integrated Biomaterials Science, Kluwer Academic Publishers, p592, 2002 Hingham, MA. USA.

Bayne SC, Hermann HO, Edward J. Update on Dental Composite Restorations. JADA. 1994;125:687-701.

Bayne SC, Thompson JY, Swift EJ, Stamatiades P,Wilkerson M. A characterization of first-generation flowable composites. J Am Dent Assoc. 1998;129(5):567-577.

Bayne SC, Thompson JY, Taylor DF. Dental Materials, In: Sturdevant's Art and Science of Operative Dentistry, Fourth Edition, Ed(s); Roberson TM, Heymann HO, Swift EJ. Mosby Inc, Missouri. 2002;134-233.

Bayne SC, Thompson JY. Biomaterials. In: Sturdevant's Art and Science of Operative Dentistry, Fifth Ed, Ed(s), Roberson TM, Heymann HO, Swift EJ. Mosby Inc, Missouri, 2006;137-242.

Ben-Amar A, Cardash HS. The fluid-filled gap under amalgam and resin composite restorations. Am J Dent. 1991;4(5):226-30.

Benderli Y, Yücel T. Posterior kompozit dolgu materyallerinin yüzey sertliği yönünden değerlendirilmesi. İstanbul Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi. 1994;28(3):228-232.

Beyth N, Yudovin-Farber I, Bahir R, Domb AJ, Weiss EI. Antibacterial activity of dental composites containing quaternary ammonium polyethylenimine nanoparticles against Streptococcus mutans. Biomaterials. 2006;27(21):3995-4002.

Beyth N, Domb AJ, Weiss E. An in vitro quantitative antibacterial analysis of amalgam and composite resins. J Dent. 2007;35:201–206.

Beyth N, Houri-Haddad Y, Baraness-Hadar L, Yudovin-Farber I, Domb AJ, Weiss EI. Surface antimicrobial activity and biocompatibility of incorporated polyethylenimine nanoparticles. Biomaterials. 2008;29(31):4157-63.

Botsalı MS. Rezin esaslı fissür örtücülerin farklı ışık kaynaklarıyla polimerizsyonu sonrasında açığa çıkan artık monomer miktarının, yüzey sertliğinin va bağlanma dayanımının araştırılması. Selçuk Üniversitesi, Pedodonti Anabilim Dalı (Doktora Tezi), Konya 2008.

Bouillaguet S. Biological Risks of Resin-Based Materials to the Dentin-Pulp Complex. Crit Rev Oral Biol Med. 2004;15(1):47-60.

Bowen RL. Dental filling material comprising vinyl-silane treated silica and a binder consisting of the reaction product of bisphenol glycidyl methacrylate, US Patent No. 3,066,112, 1962.

Bowen RL. Properties of A Silica-Reinforced Polymer for Dental Restoration. J. Am. Dent. Assoc. 1963;66:57-64.

Bowen RL, Marjenhoff WA. Dental composites/glass ionomers: the materials. Adv Dent Res. 1992;6:44-9.

Braga RR, Meira JB, Boaro LC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: a critical review of "macro" test methods. Dent Mater. 2010;26(2):38-49.

Buchalla W, Attin T, Hilgers RD, Hellwig E. The effect of water storage and light exposure on the color and translucency of a hybrid and a microfilled composite. J Prosthet Dent. 2002;87:264-70.

Burgess JO, Walker R, Davidson JM. Posterior resin-based composite: review of the literature. Pediatr Dent. 2002;24(5);465-479.

Burke FJ, Crisp RJ, Bell TJ, Healy A, Mark B, McBirnie R, Osborne-Smith KL. One-year retrospective clinical evaluation of hybrid composite restorations placed in United Kingdom general practices. Quintess Inter. 2001;32:293–298.

Bürgers R, Eidt A, Frankenberger R, Rosentritt M, Schweikl H, Handel G, Hahnel S. The anti-adherence activity and bactericidal effect of microparticulate silver additives in composite resin materials. Arch Oral Biol. 2009;54(6):595-601.

Cai Y, Strømme M, Welch K. Photocatalytic Antibacterial Effects Are Maintained on Resin-Based TiO2 Nanocomposites after Cessation of UV Irradiation. PLoS One. 2013;8(10):e75929.

Calais JG, Soderholm KJ. Influence of filler type and water exposure on flexural strength of experimental composite resins. J Dent Res. 1988;67:836–840.

Can-Karabulut DC, Tulga Oz F, Karabulut B, Batmaz İ, Özlem İ. Adhesion to Primary and Permanent Dentin and a Simple Model Approach. Eur J Dent, 2009;3:32-41.

Cate JM. Biofilms, a new approach to the microbiology of dental plaque. Review. Odontology. 2006;94(1):1-9.

Charles WW, Kelly RK. Advances in restorative materials. Dent. Clin. North. Am. 2001;45:7-27.

Charton C, Falk V, Marchal P, Pla F, Colon P. Influence of Tg, viscosity and chemical structure of monomers on shrinkage stress in light-cured dimethacrylate-based dental resins. Dent Mater. 2007;23(11):1447-59.

Chen HY, Manhart J, Hickel R, Kunzelmann KH. Polimerization Contraction Stress in Light Cured Packable Composite Resins. Dental Materials. 2001;17(3):253-259.

Chen MH. Update on dental nanocomposites. Review. J Dent Res. 2010;89(6):549-60.

Chuang SF, Jin YT, Liu JK, Chang CH, Shieh DB. Influence of flowable composite lining thickness on Class II composite restorations. Oper Dent. 2004;29(3);301-308.

Coleman HM, Chiang K, Amal R. Effects of Ag and Pt on photocatalytic degradation of endocrine disrupting chemicals in water. Chemical Engineering Journal. 2005;113(1):65–72.

Craig RG. Direct esthetic restorative materials. Restorative Dental Materials. Mosby-Year Book Inc, St Louis, 2000;244-267.

Curtis AR, Shortall AC, Marquis PM, Palin WM. Water uptake and strength characteristics of a nanofilled resin-based composite. J Dent. 2008;36(3):186–93.

Çetin AR. Çeşitli rezin kompozit materyallerin fiziksel özelliklerinin in vivo ve in vitro olarak karşılaştırılması. Selçuk Üniversitesi, Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı, Konya 2009.

Çıracı S, Oral A. Türkiye'de Nanoteknoloji. Bilim ve Teknik, Yeni Ufuklara, Ağustos, 2005.

Dabanoğlu A, Yücel T. Farklı polimerizasyon tekniklerinin yüzey sertliği üzerine etkileri, Araştırmalar İÜ. 2003;84-88.

da Silva E, Gonçalves L, Guimarães J, Poskus L, Fellows C. The diffusion kinetics of a nanofilled and a midifilled resin composite immersed in distilled water, artificial saliva, and lactic acid. Clin Oral Invest. 2010;15(3):393–401.

Davies RM. The clinical efficacy of triclosan/copolymer and other common therapeutic approaches to periodontal health. Clin Microbiol Infect. 2007;13:25–9.

Davis NA. Nanotechnology Composite. Compendium of Continuing Education in Dentistry. 2003;24(9):662-667.

Dayangaç B. Kompozit Rezin Restorasyonlar. Güneş Kitabevi Ltd. Şti, 2000, Ankara.

Debnath S, Ranade R, Wunder SL, McCool J, Boberick K, Baran G. Interface effects on mechanical properties of particle- reinforced composites. Dent Mater. 2004;20:677–686.

Dinç G. Kavite dezenfektanlarının antibakteriyel özellikleri, bağlanma dayanımı ve mikrosızıntı üzerine etkileri (Derleme). Atatürk Üniv. Diş Hek. Fak. Derg. 2012;6:66-75.

Drummond JL, Jung H, Savers EE, Novickas D, Toepke TR. Surface roughness of polished a malgams. Operative Dentistry. 1992;17(4):129-134.

Drummond JL. Degradation, fatigue, and failure of resin dental composite materials. J Dent Res. 2008;87:710–719.

Duke ES. Has dentistry moved into the nanotechnology era? Compendium of Continuing Education in Dentistry. 2003;24(5):380-382.

Dural F. Diş hekimliğinde hidroksiapatit katkılı dolgu malzemelerinin bazı fiziksel özelliklerinin incelenmesi. Yıldız Teknik Üniversitesi, FBE Biyomühendislik Anabilim Dalı (Yüksek lisans tezi). İstanbul 2009.

Eichmiller F. Evolution, Description, and Application of Dental Materials. 2013, Kitap bölümü.

Emilson CG. Potential Efficacy of Chlorhexidine Against Mutans Streptococci and Human Dental Caries. J Dent Res. 1994;73(3):682-691.

Erdem A. Farklı yüzey işlemleri uygulanmış y-tzp alt yapı malzemesinin rezin simanlara bağlanma dayanımının incelenmesi. Ege Üniversitesi, Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı (Doktora tezi), İzmir 2011.

Ergün G, Yenisey M. Fiberle güçlendirilmiş kompozit (FGK) sabit protezlerin taramalı elektron mikroskop (SEM) ile değerlendirilmesi ve içeriklerinin element analizlerinin (EDS) yapılması. OMÜ Diş Hek Fak Derg. 2006;7:73-81.

Featherstone JD. The continuum of dental caries--evidence for a dynamic disease process. Review. J Dent Res. 2004;83.39-42.

Feilzer AJ, de Gee AJ, Davidson CL. Relaxation of polymerization contraction shear stress by hygroscopic expansion. Journal of Dental Research. 1990;69:36-39.

Fernandes CAO, Carvalho RM, ShonoY, Pashley DH. Bond strengths of adhesives to dentin as an array. J Dent Res. 1998;77:205.

Ferracane JL. Current trends in dental composites. Review. Crit Rev Oral Biol Med. 1995;6(4):302-18.

Ferracane JL, Mitchem JC, Condon JR, Todd R. Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure. J Dent Res. 1997;76(8):1508-16.

Forss H, Widstrom E. Reasons for Restorative Therapy and Longevity of Restorations in Adults. Acta Odontologica Scandinavica. 2004;62(2):82-86.

Fortin D, Vargas MA. The Spectrum of Composites, New Techniques and Materials, JADA. 2000;131:26-30.

Friedl KH, Hiller KA, Schmalz G. Placement and replacement of composite restorations in Germany. Oper Dent. 1995;20: 34–8.

Fujishima A, Hashimoto K, Watanabe T. TiO2 Photocatalysis, Fundamentals and Applications, BKC, Inc Publishers, 1999, Japan.

Gilmour AS, Edmunds DH, Newcome RG. Prevalence and depth of artificial caries-like lesion adjacent to caries prepared in roots and restored with glass ionomer or a dentin-bonded composite material. J Dent Res. 1997;76:1854–1861.

Gonçalves F, Azevedo CL, Ferracane JL, Braga RR. BisGMA/TEGDMA ratio and filler content effects on shrinkage stress. Dent Mater. 2011;27(6):520-6.

Gönülol N. Nanodolduruculu Kompozitlerde Farklı Bitirme ve Cila Tekniklerinin Yüzey Pürüzlülüğü ve Renk Değişimine Etkisi. Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı, (Doktora Tezi), Ankara 2009.

Güleç S, Aran A. Malzeme Bilgisi, Birinci cilt, Ankara Basımevi, 1998;152-158.

Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Polymerization Efficiency of Curing Lamps: A Universal Energy Conversion Relationship Predictive of Conversion of Resin-based Composite. Oper. Dent. 2004;29:105-111.

Hamada S, Slade HD. Biology, immunology, and cariogenicity of Streptococcus mutans. Microbiological Reviews. 1980;44:331–84.

Heintze SD, Forjanic M, Rousson V. Surface roughness and gloss of dental materials as a function of force and polishing time in vitro. Dent Mater. 2006;22:146-165.

Hench LL. Sol-Gel Technology in Kirk-Othmer Encylopedia of Chemical Technology. 1997;22:497-528.

Henriks-Eckerman ML, Suuronen K, Jolanki R, Alanko K. Methacrylates in dental restorative materials. Contact Dermatitis. 2004;50(4):233-7.

Hickel R, Dasch W, Janda R, Tyas M, Anusavice K. New direct restorative materials. FDI Commission Project. Review. Int Dent J. 1998;48(1):3-16.

Hicks MJ, Flaitz CM, Silverstone LM. Secondary caries formation in vitro around glass ionomer restorations. Quintessence Int. 1986;17:527-32.

Hin TS. Engineering Materials for Biomedical Applications, 2004, Singapore World Scientific Publishing Company, Inc.

Hirakawa K, Mori M, Yoshida M, Oikawa S, Kawanishi S. Photo- irradiated titanium dioxide catalyzes site specific DNA damage via generation of hydrogen peroxide. Free Radical Res. 2004;38:439–447.

Hosseinalipour M, Javadpour J, Rezaie H, Dadras T, Hayati AN. Investigation of mechanical properties of experimental Bis- GMA/TEGDMA dental composite resins containing various mass fractions of silica nanoparticles. J Prosthodont. 2010;19:112–117.

Houshyar A, Khavandi AR, Javadpour J, Samani S, Naimi-Jamal MR, Atai M. Enhancement of mechanical properties of experimental composite by Fuller's earth nanofibers for cervical restoration. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2013;101(6):911-8.

Huang Z, Maness PC, Blake DM, Wolfrum EJ, Smolinski SL, Jacoby WA. Bactericidal Mode of Titanium Dioxide Photocatalysis, Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry, 2000;130(2-3):163-170.

Huang C, Tay FR, Cheung GSP, Kei LH, Wei SHY, Pashley DH. Hygroscopic expansion of a compomer and a composite on artificial gap reduction. J Dent. 2002;30:11–19.

Ikejima I, Nomoto R, McCabe JF. Shear punch strength and flexural strength of model composites with varying filler volume fraction, particle size and silanation. Dent Mater. 2003;19:206–11.

Imazato S, Kawakami M, Trii M, Tsuchitani Y. Antibacterial activity of composites containing chemically bound non-releasing antibacterial component. J Dent Res. 1992;72:721.

Imazato S, Torii M, Tsuchitani Y, McCabe JF, Russell RR. Incorporation of bacterial inhibitor into resin composite. J Dent Res. 1994;73(8):1437-43.

Imazato S, Russell RRB, McCabe JF. Antibacterial activity of MDPB polymer incorporated in dental resin. J Dent. 1995;23:177–81.

Imazato S, Torii Y, Takatsuka T, Inoue K, Ebi N, Ebisu S. Bactericidal effect of dentin primer containing antibacterial monomer methacryloyloxydodecylpyridinium bromide (MDPB) against bacteria in human carious dentin. J Oral Rehabil. 2001;28(4):314-9.

Imazato S. Antibacterial properties of resin composites and dentin bonding systems. Dental Mater. 2003;19:449–457.

Imazato S, Kuramoto A, Takahashi Y, Ebisu S, Peters MC. In vitro antibacterial effects of the dentin primer of Clearfil Protect Bond. Dent Mater. 2006;22(6):527-32.

İnan H, Tamam E, Bağış B. Tam Protezlerde kullanılan farklı kaide materyallerinin yüzey pürüzlülüğü yönünden in vitro incelenmesi. Selçuk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi. 2008;17(3):171-176.

International Organization for Standardization. BS EN ISO 4049:2009 polymer-based filling, restorative and luting materials. 2009.

Jager N, Feilzer A, Davidson CL. The influence of surface roughness on porcelain strength. Dental Materials. 2000;16(6):381-388.

Janda R, Roulet JF, Kaminsky M, Steffin G, Lata M. Color Stability of Resin Matrix Restorative Materials as A Function of The Method of Light Activation. Eur. J. Oral. Sci. 2004;112:280-285.

Janda R, Roulet JF, Latta M, Rüttermann S. Water sorption and solubility of contemporary resin-based filling materials. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2007;82(2):545-51.

Jandt KD, Sigusch BW. Future perspectives of resin-based dental materials. Review.Dent Mater. 2009;25(8):1001-6.

Jedrychowski JR, Caputo AA, Kerper S. Antibacterial and mechanical properties of restorative materials combined with chlorhexidines. J Oral Rehabil. 1983;10(5):373-381.

Jones DW, Chem C. Dental Composite Biomaterials. J. Can. Dent. Assoc. 1998;64:732-734.

Jung M, Sehr K, Klimek J. Surface texture of four nanofilled and one hybrid composite after finishing. Oper Dent. 2007;32(1):45–52.

Kahraman R. Effects of the aluminum filler content on moisture diffusion into epoxy adhesives in distilled water and sea water. J Appl Polym Sci. 2005;98(3):1165–71.

Kalachandra S. Glassy Polymers as Dental Materials' in Encyclopedia Handbook of Biomaterials and Bioengineering. Editors: Wise, D.J.T.L. vd., Marcel Dekker Inc., New York, 1995;1545-1556.

Kama J. Conservative treatment of cracked tooth syndrome using Ribbond fibre-reinforced composite resin. Dental Products Report. 2000:48-9.

Karanika-Kouma A, Dionysopoulos P, Koliniotou-Koubia E, Kolokotronis A. Antibacterial properties of dentin bonding sys- tems, polyacid-modified composite resins and composite resins. J Oral Rehabil. 2001;28:157–60.

Karmaker A, Prasad A, Sarkar NK. Characterization of adsorbed silane on fillers used in dental composite restoratives and its effect on composite properties. J Mater Sci Mater Med. 2007;18:1157–1162.

Kawashita M, Tsuneyama S, Miyaji F, Kokubo T, Kozuka H, Yamamoto K. Antibacterial silver-containing silica glass prepared by sol-gel method. Biomaterials. 2000;21:393–398.

Kelsey WP, Latta MA, Shaddy RS, Stanislav CM. Physical properties of three packable resin-composite restorative materials. Oper Dent. 2000;25(4):331-335.

Khor E. Chitin: Fulfilling A Biomaterial's Promise, Ch. 5, 2001, Elsevier Sci. Pub., UK.

Kim KH, Ong JL, Okuno O. The effect of filler loading and morphology on the mechanical properties of contemporary composites. J Prosthet Dent. 2002;87(6):642-9.

Kiwi J, Nadtochenko V. New evidence for TiO2 photocatalysis during bilayer lipid peroxidation. J Phys Chem B. 2004;108:17675–17684.

Krutchkoff DJ, Eisenberg E, Neckritz AA. Epidermoid carcinoma of the gingiva: a possible relationship to PUVA therapy. Oral Surg Oral Med Oral Pathol. 1981;52(1):44-50.

Kuş M. Sıvı kristal özellikli perilendiimidlerin sentezi ve organik fotosensörlerin fotofiziksel fotokimyasal parametrelerinin incelenmesi. Ege Üniversitesi, Enerji Anabilim Dalı (Doktora Tezi), İzmir 2006.

Le Bell-Rönnlöf AM, Lassila LV, Kangasniemi I, Vallittu PK. Load-bearing capacity of human incisor restored with various fiber-reinforced composite posts. Dent Mater. 2011;27:107–15.

Lee H, Orlowski J. Handbook of dental composite restoratives. (3rd ed.) Lee Pharmaceuticals. 1974, Los Angeles.

Leinfeder KF. Composite resins. Dent. Clin. North Am. 1985;29:359-371.

Leinfelder KF. A Report on a New Condensable Composite Resin. Compendium. 1998;19:230-237.

Lewinstein I, Matalon S, Slutzkey S, Weiss EI. Antibacterial properties of aged dental cements evaluated by direct-contact and agar diffusion tests. J Prosthet Dent. 2005;93:364-71.

Liu Y, Tan Y, Lei T, Xiang Q, Han Y, Huang B. Effect of porous glass–ceramic fillers on mechanical properties of light-cured den- tal resin composites. Dent Mater. 2009;25:709-715.

Loesche WJ. Role of streptococcus mutans in human dental decay. Microbiol Rev 1986;50: 353-380.

Lutz F, Phillips RW. A classification and evaluation of composite resin system. J. Prosthet. Dent. 1983;50:480-488.

Mandikos MN, McGivney GP, Davis E, Bush PJ, Carter JM. A comparison of the wear resistance and hardness of indirect composite resins. J Prosthet Dent. 2001;85(4):386-95.

Maness PC, Smolinski S, Blake D, Huang Z, Wolfrum EJ, Jacoby WA. Bactericidal Activity of Photocatalytic TiO2 Reaction: Toward an Understanding of its Killing Mechanism, Applied and Environment Microbiology. 1999;65:4094-4098.

Manhart J, Kunzelmann KH, Chen HY, Hickel R. Mechanical Properties and Wear Behavior of Light-Cured Packable Composite Resins. Dental Materials. 2000;16:33-40.

Manhart J, Chen HY, Hickel R. The Stability of Packable Composites for Posterior Restorations. J. Am. Dent. Assoc. 2001;132(5):639-645.

Marigo L, Rizzi M, Torre G. Rumi G. 3D Surface Profile Analysis:Different Finishing Methods for Resin Composites. Oper Dent. 2001;26:562–568.

Marks KE, Nelson CL, Lautenschlager EP. Antibiotic-impreg- nated acrylic bone cement. J Bone Joint Surg. 1976;58:358–364.

Marovic D, Tarle Z, Hiller KA, Müller R, Ristic M, Rosentritt M, Skrtic D, Schmalz G. Effect of silanized nanosilica addition on remineralizing and mechanical properties of experimental composite materials with amorphous calcium phosphate. Clin Oral Investig. 2013;19.

Marsh PD. Microbiologic aspects of dental plaque and dental caries. Dent Clin North Am. 1999;43(4):599-614.

Matalon S, Slutzky H, Weiss EI. Surface antibacterial properties of packable resin composites: part I. Quintessence Int. 2004;35(3):189-93.

Matalon S, Weiss EI, Gorfil C, Noy D, Slutzky H. In vitro antibacterial evaluation of flowable restorative materials. Quintessence Int. 2009;40(4):327-32.

Matsunaga T, Tomada R, Nakajima T, Wake H. Photochemical Sterilization of Microbial Cells by Semiconductor Powders, FEMS Microbiology Letters. 1985;29:211–214.

McCabe JF. Resin-modified glass-ionomers. Biomaterials 1998;19:521-527.

McLean JW, Wison AD. The Clinical Development of The Glass Ionomers Cements 1. Formulations and Properties. Australian Dent. J. 1977;22:31-36.

Melo MA, Weir MD, Rodrigues LK, Xu HH. Novel calcium phosphate nanocomposite with caries-inhibition in a human in situ model. Dent Mater. 2013;29(2):231-40.

Meyer GR, Ernst CP, Willershausen B. Determination of Polymerization Stress of Conventional and New "Clustered" Microfill-Composites in Comparison with Hybrid Composites. J Dent Res. 2003;81:921.

Mi FL, Shyu SS, Wu YB, Lee ST, Shyong JY, Huang RN. Fabrication and Characterization of A Sponge-Like Asymmetric Chitosan Membrane as A Wound Dressing. Biomaterials. 2001;22:165-173.

Mirsasaani SS, Ghomi F, Hemati M, Tavasoli T. Measurement of Solubility and Water Sorption of Dental Nanocomposites Light Cured by Argon Laser. IEEE Transactions On Nanobioscience. 2013;12(1).

Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. Journal of the American Dental Association. 2003;134(10):1382-1390.

Mjör IA, Toffenetti F. Secondary caries: a literature review with case reports. Quintessence Int. 2000;31(3):165-79.

Mjör IA, Gordan VV. Failure, repair, refurbishing and longevity of restorations. Oper Dent. 2002;27(5):528-34. Review.

Mohsen NM, Craig RG. Effect of silanation of fillers on their dispersability by monomer systems. J Oral Rehabil. 1995;22(3):183-9.

Morgan DR, Kalachandra S, Shobha HK, Gunduz N, Stejskal EO. Analysis of a dimethacrylate copolymer (bis-GMA and TEGDMA) network by DSC and 13C solution and solid-state NMR spectroscopy. Biomaterials. 2000;21(18):1897-903.

Moszner N, Salz U. New developments of polymeric dental composites. Prog.Polym.Sci. 2001;26:535-576.

Munchow EA, Correa MB, Ogliari FA, Piva E, Zanchi CH. Correlation between surface roughness and microhardness of experimental composites with varying filler concentration. J Contemp Dent Pract. 2012;13(3):299-304.

Nadarajah V, Neiders ME, Cohen RE. Local inflammatory effects of composite resins. Compend Contin Educ Dent 1997;18:367-8.

Nguyen JF, Migonney V, Ruse ND, Sadoun M. Properties of experimental urethane dimethacrylate-based dental resin composite blocks obtained via thermo-polymerization under high pressure. Dent Mater. 2013;29(5):535-41.

Nishimoto S, Bhushan B. Bioinspired self-cleaning surfaces with super-hydrophobicity, superoleophobicity, and superhydrophilicity. RSC Adv. 2013;3:671–690.

O'Brien WJ. Dental materials and their selection 2nd ed. Quintessence Publishing Co. Inc. 1997.

O'Donnell JN, Langhorst SE, Fow MD, Antonucci JM, Skrtic D. Light-cured dimethacrylate-based resins and their composites: comparative study of mechanical strength, water sorption and ion release. J Bioact Compat Polym. 2008;23(3):207-226.

Oduncu BS. Farklı dolgular kullanılarak hazırlanmış dental kompozitlerin ışık ile sertleştirilmesi sırasındaki polimerizasyon büzülmesinin incelenmesi. Yıldız Teknik Üniversitesi, FBE Biyomühendislik Anabilim Dalı (Yüksek Lisans Tezi), İstanbul 2009.

Ogunyinka A, Palin WM, Shortall AC, Marquis PM. Photoinitiation chemistry affects light transmission and degree of conversion of curing experimental dental resin composites. Dent Mater. 2007;23(7):807-13.

Okida RC, Mandarino F, Sundfeld RH, de Alexandre RS, Sundefeld ML. In vitro-evaluation of secondary caries formation around restoration. Bull Tokyo Dent Coll. 2008;49:121-8.

Oliveira KM, Consani S, Gonçalves LS, Brandt WC, Ccahuana-Vásquez RA. Photoelastic evaluation of the effect of composite formulation on polymerization shrinkage stress. Braz Oral Res. 2012;26(3):202-8.

Özata F, Kaya A. Diş çürüğü ve genetik, E.Ü. Diş. Hek Fak Derg. 2001;22:13-21.

Pagniano RP, Johnston WM. The effect of unfilled resindilution on composite resin hardness and abrasion resistance. J Prosthet Dent. 1993;70:214-218.

Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho R. Adesion testing of dentin bonding agents: A review, Dent Mater. 1995;11.117-125.

Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. Eur J Oral Sci. 1997;105(2):97-116.

Phillips RW. Science of Dental Materials. 9th ed., Philadelphia, W.B. Saunders Co., 1991;217-218.

Phillips RW. Restorative Resins; in Science of Dental Materials, Ed.: Anusavice KJ., Saunders Co., Philadelphia. 1996;273-299.

Poskus LT, Placido E, Cardoso PEC. Influence of placement techniques on vickers and knoop hardness of class ıı composite resin restorations. Dent Mater. 2004;20(8):726–32.

Powers JM, Sakaguchi RL. Resin Composite Restorative Materials, In: Craig's Restorative Dental Materials, Twelfth Edition, Mosby, Missouri. 2006;190-212.

Profeta AC, Mannocci F, Thompson RMFI, Watson TF, Sauro S. Bioactive effects of a calcium/sodium phosphosil icate on the resin–dentine interface: a microtensile bond strength scanning electron microscopy, and confocal microscopy study. Eur J Oral Sci. 2012;120:353–362.

Qilo G. Bond stregth testing-what does it mean? Int Dent J. 1993;43:492-498.

Rathke A, Staude R, Muche R, Haller B. Antibacterial activity of a triclosan-containing resin composite matrix against three common oral bacteria. J Mater Sci Mater Med. 2010;21(11):2971-7.

Rawls KJ, Esquivel-Upshaw J. (2003). Restorative resins. in: Phillips' Science of Dental Materials llth Ed. Ed: Anusavice, KJ., St. Louis: W.B. Saunders. 2003;399-437.

Ribeiro J, Ericson D. In vitro antibacterial effect of chlorhexidine added to glass-ionomer cements. Scand J Dent Res. 1991;99:533-40.

Roberson TM, Heymann HO, Ritter AV. Introduction to Composite Restorations, In: Sturdevant's Art and Science of Operative Dentistry, Eds; Roberson TM, Heymann HO, Swift EJ. Fourth Edition. Mosby Inc, Missouri. 2002;488-499.

Roberson TM, Heymann HO, Ritter AV. Introduction To Composite Restorations, In: Sturdevant's Art and Science of Operative Dentistry, Fifth Ed, Ed(s), Roberson TM, Heymann HO, Swift EJ. Mosby Inc, Missouri. 2006;497-526.

Rüttermann S, Bergmann N, Beikler T, Raab WH, Janda R. Roberson T, Heyman H, Swift E. Bacterial viability on surface-modified resin-based dental restorative materials. Arch Oral Biol. 2012;57(11):1512-21.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength-Evaluation of a micro-tensile bond test, Dent Mater. 1994;10:236-240.

Sarrett DC. Prediction of clinical outcomes of a restoration based on in vivo marginal quality evaluation. J Adhes Dent. 2007;9:117–20.

Schneider LF, Cavalcante LM, Prahl SA, Pfeifer CS, Ferracane JL. Curing efficiency of dental resin composites formulated with camphorquinone or trimethylbenzoyl-diphenyl-phosphine oxide. Dent Mater. 2012;28(4):392-7.

Sclafani A, Herrmann JM. Comparison of Photoelectronic and Photocatalytic Activities of Various Anatase and Rutile Forms of Titania in Pure Liquid Phases and in Aqueous Solutions. J. Phys. Chem. 1996;100:13655–13661.

Shahdad S, McCabe JF, Bull S, Rusby S. Wassell RW. Hardness measured with traditional Vickers and Martens hardness methods. Dent Mater. 2006;24:1026–1033.

Shin DH, Rawls HR. Degree of conversion and color stability of the light curing resin with new photoinitiator systems. Dent Mater. 2009;25(8):1030-8.

Shrivastava S, Bera T, Roy A, Singh G, Ramachandrarao P, Dash D. Characterization of enhanced antibacterial effects of novel silver nanoparticles. Nanotechnology. 2007;18:225103.

Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. Biomaterials. 2003;24(4):655-65.

Singh RK, Pandey HP, Sundar S. Visceral leishmaniasis (kala-azar): Challenges ahead. Indian J Med Res. 2006;123:331-44.

Skjörland KKR. Plaque accumulation on different dental filling materials. Scand J Dent Res. 1973;81:538–42.

Skjörland KK, Sonju T. Effect of sucrose rinses on bacterial colonization on amalgam and composite. Acta Odontol Scand. 1982;40(4):193-6.

Skrtic D, Antonucci JM. Effect of bifunctional comonomers on mechanical strength and water sorption of amorphous calcium phosphate- and silanized glass-filled Bis-GMA-based composites. Biomaterials. 2003;24(17):2881-8.

Slutzky H, Slutzky-Goldberg I, Weiss EI, Matalon S. Antibacterial properties of temporary filling materials. J Endod. 2006;32(3):214-7.

Slutzky H, Weiss EI, Lewinstein I, Slutzky S, Matalon S. Surface antibacterial properties of resin and resin-modified dental cements. Quintessence Int. 2007;38(1):55-61.

Soderholm KJ, Mariotti A. BIS-GMA--based resins in dentistry: are they safe? J Am Dent Assoc. 1999;130(2):201-9.

Sousa RP, Zanin IC, Lima JP, Vasconcelos SM, Melo MA, Beltrão HC ve ark. In situ effects of restorative materials on dental biofilm and enamel demineralisation. J Dent. 2009;37(1):44-51.

Stansbury JW, Trujillo-Lemon M, Lu H, Ding X, Lin Y, Ge J. Conversion-dependent shrinkage stress and strain in dental resins and composites. Dent Mater. 2005;21(1):56-67.

Sturdevant CM. The art and science of operative dentistry. 1995, New York: Mosby-Year Book Inc.

Sudsangiam S, Van Noort R. Do dentin bond strength tests serve a usefull purpose? J Adhes Dent. 1999;1:57-67.

Sun L, Chow LC, Bonevich JE, Wang T, Mitchell JW. A new approach to prepare well-dispersed CaF(2) nanoparticles by spray drying technique. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2011;98(2):223-9.

Sunada K, Watanabe T, Hashimoto K. Studies on Photokilling of Bacteria on TiO2 Thin Film, Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry, 2003;156:227-233.

Suri SS, Fenniri H, Singh B. Nanotechnology-based drug delivery systems. J Occup Med Toxicol. 2007;1(2):16.

Svanberg M, Mjor IA, Orstavik D. Mutans streptococci in plaque from margins of amalgam, composite, and glass-ionomer restora- tions. J Dent Res. 1990;69:861–4.

Swift EJ. Ask the experts: Nanocomposites. Journal of Esthetic and Restorative Dentistry. 2005;17(1):3-4.

Syafiuddin T, Igarashi T, Shimomura H, Hisamitsu H, Goto N. Bacteriological and mechanical evaluation of antibacterial filler- containing composite resins. J Showa Univ Dent Soc. 1993;13:443–9.

Syafiuddin T, Igarashi T, Toko T, Hisamitsu H, Goto N. Bacteriological and mechanical evaluation of resin composites containing antibacterial filler (Apacider). J Showa Univ Dent Soc. 1995;15:119–25.

Syafiuddin T, Hisamitsu H, Toko T, Igarashi T, Goto N, Fujishima A, Miyazaki T. In vitro inhibition of caries around a resin composite restoration containing antibacterial filler. Biomaterials. 1997;18:1051–7.

Tagami J, Nikaido T, Nakajima MYS. Relationship between bond strength tests and other in vitro phenomena. Dent Mater. 2010;26(2):94-9.

Taşveren S. İki farklı restoratif materyalin yüzey sertliklerinin karşılaştırılması. C.Ü. Diş Hek Fak Derg. 2005;8(2):94-97.

Tekeli PC. Çeşitli Süt Dişi Kök Kanal Dolgu Patlarının Enterococcus Faecalis Üzerindeki Antimikrobiyal Etkilerinin 3 farklı Yöntemle Tespiti ve Bu Yöntemlerin Etkinliklerinin Değerlendirilmesi. Cumhuriyet Üniversitesi, Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı, Sivas 2005.

Temizkan G, Arda N. Moleküler Biyolojide Kullanılan Yöntemler. Nobel Tıp Kitabevleri, 2004, İstanbul, 345s.

Terada RSS, Carvalho RM, Fernandes CAO, Pashley DH. Mapping bond strength to flat dentin surfaces. J Dent Res. 1998;77:205.

Terry DA. Direct applications of a nanocomposite resin system: Part 1-The evolution of contemporary composite materials. Pract Proced Aesthet Dent. 2004;16(6):417-22.

Tevfik H. Pamuk Prenses ve Katrilyonlarca Cüce, Can Matbaacılık. 2005, İstanbul.

Thorat S, Patra N, Ruffilli R, Diaspro A, Salerno M. Preparation and characterization of a BisGMA-resin dental restorative composites with glass, silica and titania fillers. Dent Mater J. 2012;31(4):635-44.

Thylstrup A, Fejesrskov O. Textbook of Clinical Cariology, 2nd ed. 1994.

Tian M, Gao Y, Liu Y, Liao Y, Hedin NE, Fong H. Fabrication and evaluation of Bis-GMA/TEGDMA dental resins/composites containing nano fibrillar silicate. Dent Mater. 2008;24:235–243.

Tobias RS. Antibacterial properties of dental restorative materials: a review. Int Endod. 1998;21:155-60.

Tokdemirli E. Rezin modifiye cam astar üzerine farklı dentin adeziv sistemlerle kompozit rezin uygulamasının dentine bağlanma kuvvetine etkisi. Hacettepe Üniversitesi, Tedavi Anabilim Dalı, Ankara 2010.

Toledano M, Osorio R, Osorio E, Fuentes V, Prati C, Godoy FG. Sorption and solubility of resin-based restorative dental materials. J Dent. 2003;31:43-50.

Totiam P, González-Cabezas C, Fontana MR, Zero DT. A new in vitro model to study the relationship of gap size and secondary caries. Caries Res. 2007;41:467-73.

Trujillo-Lemon M, Jones MS, Stansbury JW. Hydrogen bonding interactions in methacrylate monomers and polymers. J Biomed Mater Res. 2007;83A:734–46.

Türkün LS, Türkün M. The effect of one-step polishing system on the surface roughness of three esthetic resin composite materials. Operative Dentistry. 2004;29(2):203-211.

Ulusoy N, Bağış YH, Kasar B. Isı ve ışık fırınında polimerizasyonları tamamlanan iki hibrit kompozit rezinin yüzey sertliklerinin incelenmesi. A.Ü. Dişhek. Fak. Derg. 1998;25(3):221-228.

Ure D, Harris J. Nanotechnology in dentistry: reduction to practice. Dent Update. 2003;30(1):10-15.

Üçtaşlı MB, Erten H. Estetik restoratif materyellerin su emilimi ve çözünürlüğü. GÜ. Dişhek. Fak. Derg. 2004;21(1):31-34.

Valente LL, Peralta SL, Ogliari FA, Cavalcante LM, Moraes RR. Comparative evaluation of dental resin composites based on micron- and submicron-sized monomodal glass filler particles. Dent Mater. 2013;29(11):1182-7.

Vallittu PK. Survival rates of resin-bonded, glass fiber–reinforced composite fixed partial dentures with a mean follow-up of 42 months: a pilot study. J Pros Dent. 2004;9:241–6.

Van Meerbek, B., Landuyt K.V., Munck JD, Inoue S, Yoshida Y, Perdigao J ve ark. Bonding to Enamel and Dentin. In: Fundamentals of Operative Dentistry, Contemporary Approach, Third Ed, Ed(s), Summit JB, Robbins JW, Hilton JT, Schwartz RS. Quintessence Publishing Co., Inc., Illinois. 2006;183-260.

Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardev G. A critique of bond strength measurements. J Dent. 1989;17:61-67.

Vichi A, Ferrari M, Davidson CL. Color and opacity variations in three different resin-based composite products after water aging. Dent Mater. 2004;20:530-534.

Yalçın KA. Nanoteknoloji ve gıda sanayiinde uygulama alanları. Namık Kemal Üniversitesi, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı (Yüksek Lisans Tezi) Tekirdağ, 2010.

Yamamoto K, Ohashi S, Aono M, Kokubo T, Yamada I, Yamauchi J. Antibacterial activity of silver ions implanted in SiO2 filler on oral streptococci. Dent Materials. 1996;12:227–229.

Yang J, Mei S, Ferreira JMF. Hydrothemal synthesis of nanosized titania powders: influence of tetraalkyl ammonium hydroxides on particle characteristic. Journal of American Ceramic Society. 2001;84:1696–706.

Yap AUJ, Lye KW, Sau CW. Surface characteristics of tooth-coloured restoratives polished utilizing different polishing systems. Operative Dentistry. 1997; 22(6):260-265.

Yap UJ, Teoh H. Comparison of flexural properties of composite restoratives using the ISO and mini-flexural tests. J Oral Rehabil. 2003;30:171–7.

Yazıcı R, Özalp M, Başeren M, Dayangaç B. iki farklı amalgam bonding primer antibakteriyel aktivitelerinin değerlendirilmesi. 2002;5(2):85-87.

Yoshida K, Tanagawa M, Atsuta M. Characterization and inhibitory effect of antibacterial dental resin composites incorporating silver- supported materials. J Biomed Mater Res. 1999;47:516–22.

Yoshida Y, Shirai K, Nakayama Y, Itoh M, Okazaki M, Shintani H ve ark. Improved filler-matrix coupling in resin composites. J Dent Res. 2002;81:270–273.

Yu B, Ahn JS, Lim JI, Lee YK. Influence of TiO2 nanoparticles on the optical properties of resin composites. Dent Mater. 2009;25(9):1142-7.

Yudovin-Farber I, Beyth N, Nyska A, Weiss EI, Golenser J, Domb AJ. Surface characterization and biocompatibility of restorative resin containing nanoparticles. Biomacromolecules. 2008;9(11):3044-50.

Yüksel Ç. Polimerik esaslı diş dolgu kompozitlerinin özelliklerine çeşitli doldurucu partiküllerin etkisi. Yıldız Teknik Üniversitesi, FBE Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı (Yüksek Lisans Tezi), İstanbul 2011.

Zafer C, Karapire C, Sariciftci NS, Icli S. Characterization of N, N′-bis-2-(1-hydoxy-4-methylpentyl)-3, 4, 9, 10- perylene bis (dicarboximide) Sensitized Nanocrystalline TiO2 Solar Cells with Polythiophene Hole Conductors. Sol. Energ. Mat. Sol. C. 2005;88(1):11-21.

Zaimoğlu L. Görünür ışınla polimerize olan bir kompozit reçinede yüzey sertliğinin tespiti. AÜ Dişhek Fak Der. 1985;12:427-437.

Zaimoğlu A, Aksu E, Can G, Ersoy E. Diş hekimliğinde maddeler bilgisi, Ankara Üniversitesi Dişhekimliği Fakültesi. 1993;17.

Zero DT. Dental caries process. Dental Clinic of North America 1999;43(4):635-664.

Zhang LF, Kanki T, Sano N, Toyoda A. Development of TiO2 photocatalyst reaction for water purification. Sep Purif Technol. 2003;31:105–110.

Zhang M, Matinlinna JP. E-Glass fiber reinforced composites in dental applications. Silicon. 2012;4:73–8.

Zhang M, Matinlinna JP, Botelho MG, Säilynoja ES. Comprehensive properties of a novel fiber reinforced composite with a UEDMA-based resin matrix. Odontology. 2013;26.

Zhang Rb, Gao L. Effect of peptization on phase transformation of TiO2 nanoparticles. Material Research Bulletin. 2001;36:1957–65.

Zhang Y, Xu J. Effect of immersion in various media on the sorption, solubility, elution of unreacted monomers and flexural properties of two model dental composite compositions. J Mater Sci Mater Med. 2008;19(6):2477–83.

Zhao J, Yang XD. Photocatalytic oxidation for indoor air purification: A literature review. Build Environ. 2003;38:645–654.

Zimmerli B, Strub M, Jeger F, Stadler O, Lussi A. Composite materials: composition, properties and clinical applications. A literature review. Schweiz Monatsschr Zahnmed. 2010;120(11):972-86.

Wakefield CW, Kofford KR. Advances in restorative materials. Dental Clinics of North America. 2001;45:7-27.

Weiss EI, Shalhav M, Fuss Z. Assessment of antibacterial activity of endodontic sealers by a direct contact test. Endod Dent Traumatol. 1996;12:179-184.

Weitman RT, Eames WB. Plaque accumulation on composite surfaces after various finishing procedures. J Am Dent Assoc. 1975;91:101–6.

Welch K, Cai Y, Engqvist H, Strømme M. Dental adhesives with bioactive and on-demand bacterial properties. Dental Materials. 2010;26:491–499.

Wiegand A, Buchalla W, Attin T. Review on fluoride-releasing restorative materials--fluoride release and uptake characteristics, antibacterial activity and influence on caries formation. Dent Mater. 2007;23:343-62.

Willems G, Lambrechts P, Braem M. Classification of Dental Composites According to their Morphological and Mechanical Characteristics. Dent. Mater. 1992;8:310-319.

Willems G, Lambrechts P, Braem M, Vanherle G. Composite Resins in The 21st Century. Quint. Int. 1993;24:641-657.

Wilson KS, Zhang K, Antonucci JM. Systematic variation of interfacial phase reactivity in dental nanocomposites. Biomaterials. 2005;26:5095–5103.

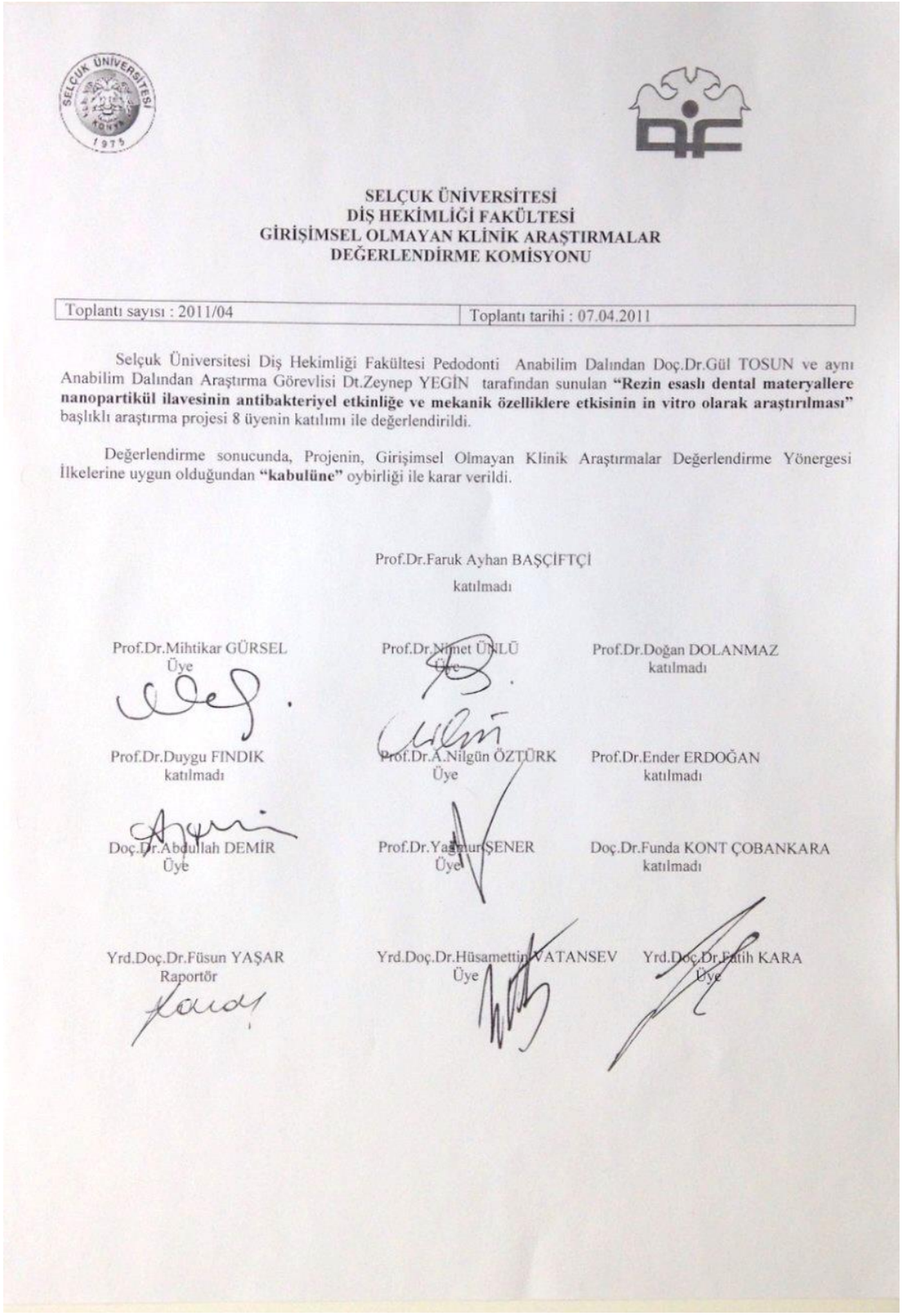
Xiao YH, Chen JH, Fang M, Wang H, Wang YJ, Li F. Antibacterial effects of three experimental quaternary ammonium salt (QAS) monomers on bacteria associated with oral infections. J Oral Sci. 2008;50:323–327.

Xu HH. Dental composite resins containing silica-fused ceramic single-crystalline whiskers with various filler levels. J Dent Res. 1999;78:1304-11.

Xu X, Wang Y, Liao S, Wen ZT, Fan Y. Synthesis and characterization of antibacterial dental monomers and composites. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2012;100(4):1151-62.

9. EKLER

Ek A. Etik kurul kararı



SELÇUK ÜNİVERSİTESİ
DİŞ HEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ
GİRİŞİMSEL OLMAYAN KLİNİK ARAŞTIRMALAR
DEĞERLENDİRME KOMİSYONU

Toplantı sayısı : 2011/04	Toplantı tarihi : 07.04.2011

Selçuk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Pedodonti Anabilim Dalından Doç.Dr.Gül TOSUN ve aynı Anabilim Dalından Araştırma Görevlisi Dt.Zeynep YEGİN tarafından sunulan **"Rezin esaslı dental materyallere nanopartikül ilavesinin antibakteriyel etkinliğe ve mekanik özelliklere etkisinin in vitro olarak araştırılması"** 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
katılmadı

Prof.Dr.Duygu FINDIK
katılmadı

Prof.Dr.A.Nilgün ÖZTÜRK
Üye

Prof.Dr.Ender ERDOĞAN
katılmadı

Doç.Dr.Abdullah DEMİR
Üye

Prof.Dr.Yasemin ŞENER
Üye

Doç.Dr.Funda KONT ÇOBANKARA
katılmadı

Yrd.Doç.Dr.Füsun YAŞAR
Raportör

Yrd.Doç.Dr.Hüsamettin VATANSEV
Üye

Yrd.Doç.Dr.Fatih KARA
Üye

10. ÖZGEÇMİŞ

Ankara'nın Yenimahalle ilçesinde 1984 yılında doğdu. İlkokul, ortaokul ve lise eğitimini Ankara'da tamamladı. 2002 yılında girdiği Hacettepe Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesinden 2007 yılında mezun oldu. 2008 yılında Selçuk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Pedodonti Anabilim Dalı'nda doktora eğitimine başladı.