

KOMPOZİT REZİN MATERYALLERİN SU EMİLİMİ VE ÇÖZÜNÜRLÜĞÜ

Doç.Dr.Özgül KARACAER * Doç.Dr.Sis DARENDELİLER YAMAN **

Yrd.Doç.Dr. Zeliha GÜL DEĞİM ***

WATER SORPTION AND SOLUBILITY OF COMPOSITE RESIN MATERIALS

SUMMARY

The main objectives of this study were evaluated the water sorption and solubility of light-cured composite resin materials. Samples were prepared according to ISO 4049 and store in distile water for periods varying between 1h and 3 months. The weight changes of specimens after water immersion were recorded. The results were analysed by one-way ANOVA and Student-Neuman-Keuls Multiple Comparison test at $p<0.05$. Water sorption of Helioprogress and Valux Plus was the largest. Water solubility after 3 months was noted in the following order, Valux plus, Tetric Ceram, Helioprogress and TPH Spectrum.

Key Words: Water sorption, water solubility, composite resins

ÖZET

Bu çalışmanın amacı ışıkla polimerize olan kompozit rezin materyallerin su emilimi ve çözünürlüğü değerlendirmektir. Örnekler ISO 4049' a göre hazırlandı ve 1 saat ile 3 ay arasında değişen periyotlarda distile su içerisinde bekletildi. Suyu batırma sonrası örneklerin ağırlık değişimleri kaydedildi. Sonuçlar tek yönlü varyans analizi ile ve Student-Neuman-Keuls Multiple Comparison testi ile $p<0.05$ seviyesinde değerlendirildi. En fazla su emilimini Helioprogress ve Valux Plus gösterdi. 3 ay sonraki sudaki çözünürlük değerlerine göre materyallerin sıralaması, Valux plus, Tetric Ceram, Helioprogress ve TPH Spectrum şeklindedir.

Anahtar Kelimeler: Su emilimi, sudaki çözünürlük, kompozit rezin

GİRİŞ

Bisfenolglisidil metakrilat (BIS-GMA) esaslı kompozit rezinler restoratif materyal olarak geniş bir kullanım alanına sahiptirler.^{2,3,8} Estetik oluşu ve iyi şekillendirebilme özelliğine karşın kırık, yüzey düzensizliği polimerizasyon büzülmesi ve buna bağlı olarak mikrosızıntı gibi problemlerinde beraberinde getirmektedir.^{12,13,20}

Rezın kaideli materyallerin diğer önemli klinik problemi de su emilimi ve çözünürlüğüdür.^{1,6,12,16,20} Hansen ve Asmussen⁷ kompozit ve dentin kavitesi arasında marjinal aralık genişliğinin materyali 60 dak. suya batırmakla azalacağını bildirmişlerdir. Oysaed ve Ruyter¹⁷ su emiliminin kompozit rezinlerin mekanik özelliklerini ve direncini azalttığını savunmuşlardır. Ağız ortamındaki nem hidroliz ve enzimatik hidroliz nedeniyle kompozit materyalin erozyonuna ve bozunmasına neden olabilir.¹⁴ Polimer matriks tarafından absorblanan su doldurucu matriks bağlantısının bozulmasına ve hatta doldurucunun hidrolitik azalmasına neden olabilir.¹⁷ Rezın matriksin kimyasal bozunma işleminde tükürükteki enzimlerin yer değiştirdiği gösterilmiştir. Kompozit rezin materyallerin

kimyasal bozunmaya karşı hassasiyeti rezin matriksi oluşturan farklı monomer yapısına ve çapraz bağlantı derecesine bağlıdır. Ayrıca restoratif materyaldeki doldurucu tipi ve küçük parçacıkların hacmi su emilimi ve çözünürlüğünü etkileyen faktörlerdir.¹⁶ Pearson¹⁸ tamamlanmamış polimerizasyonun rezin kaybına neden olduğunu dolayısıyla materyalin biyolojik uyumunu bozduğunu iddia etmiştir.

Çalışmanın amacı ışıkla polimerize olan çeşitli kompozit rezin materyallerin su emilimini ve çözünürlüğünü değerlendirmektir.

GEREÇ VE YÖNTEM

Çalışmada Helioprogress (Vivadent Germany), Tetric Ceram (Vivadent Germany), Valux Plus (3M USA) ve TPH Spectrum (Dentsply) kompozit materyaller kullanıldı.

Emilim ve çözünürlük testi için ISO 4049:1994 den⁹ yararlanıldı. Materyaller 15mm çapında ve 1mm kalınlığında politetrafluoraetilen kalıp içine içine yerleştirildi. Kompozit rezin materyalin fazla kısmının çıkabilmesi için ince polyster bir yaprak ve onun da üzerine cam

* GÜ, Diş Hekimliği Fakültesi, Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı

** GÜ, Diş Hekimliği Fakültesi, Diş Hastalıkları ve Tedavisi Anabilim Dalı

*** GÜ, Eczacılık Fakültesi, Farmasötik Anabilim Dalı

levha yerleştirildi. Materyaller 40 sn süre ile polimerize edildi. Polimerizasyon sonrası örnekler kalıplardan çıkarıldı ve fazla kısımlar kaldırıldı. Kompozit materyal örnekleri sabit ağırlıklarına ulaşmaya kadar 370°C de desikatör içinde bekletildi. Daha sonra 37°C'lık su içeren cam kavanoz içersine yerleştirildiler.

Materyaller 1 saat, 24 saat, 1 ay, 2 ay ve 3 aylık süreler sonunda su içeren cam kavanozlardan alınıp hava ile kurutuldu ve 10 mikrograma kadar tartım yapabilen hassasiyetteki terazide (Mettler # 20, Germany) tartımları yapıldı.

Su emilimi ve çözünürlüğü belirlemek için aşağıda verilen formüller uygulandı.

$$\text{Su emilimi} : \frac{m_2 - m_3}{V}$$

$$\text{Su çözünürlüğü} : \frac{m_1 - m_3}{V}$$

m_1 : mg olarak örneğin suda bırakılmadan önceki kütlesi

m_2 : örneğin suda bırakıldıktan sonraki kütlesi

m_3 : koşullar yeniden oluşturulduğunda materyalin kütlesi

V: örneğin hacmi

BULGULAR

Çalışmada kullanılan kompozit materyallerle ait su emilimi ve çözünürlük değerlerinin ortalamaları ve standart sapmaları Tablo I, Grafik I ve II' de verildi. Veriler one-way ANOVA testi ile değerlendirildi (Tablo II). Tabloda da görüldüğü gibi, materyallerin su emilimi arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farkın olmadığı ($p>0.05$), çözünürlükler arasındaki farkın ise istatistiksel olarak $p<0.05$ seviyesinde anlamlı olduğu belirlendi. Materyaller arasındaki farklılığı belirlemek için % 95 güven aralığında Student-Neuman-Keuls Multiple Comparison testi uygulandı. Sonuçlar Tablo III' de verildi. Tablo III de izlendiği gibi sadece Valux Plus materyali diğer üç kompozit ile (Tetric Ceram, Helioprogress ve TPH Spectrum) $p<0.05$ seviyesinde bir fark gösterdi. En fazla su emilimini Helioprogress ve Valux Plus'ın gösterdiğini, Tetric Ceram, ve TPH Spectrum' un ise hiç su emmediği gözlemlendi (Grafik I).

Tablo I: Kompozit materyalin su emilimi ve çözünürlüğünün ortalamaları ve standart sapmaları (n=15)

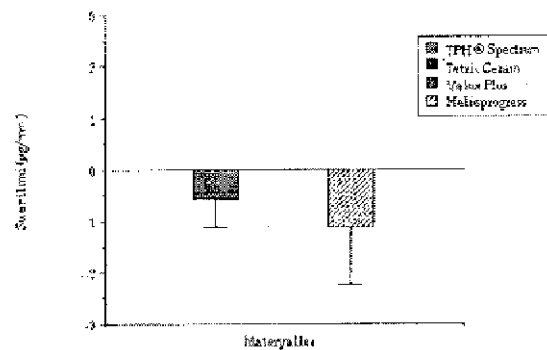
Kompozit	Su emilimi		Çözünürlük	
	Ortalama/Standart sapma	Ortalama/Standart sapma		
TPH [®] Spectrum	-0.55270/0.9585	0.06208/1.7610		
Tetric Ceram	0.00000/0.0000	-1.89004/1.3260		
Valux Plus	0.00000/0.0000	1.80204/1.9770		
Helioprogress	-1.10301/1.9160	-0.56902/2.5190		

Tablo II: Dört kompozit materyali mukayese etmek için one-way ANOVA testi

Varsayın kaynağı	Serbestlik derecesi	Kareler toplamı	Kareler ortalaması	F oranı	P değeri
Su emilimi					
Kolonlar arası	3	1.519	0.8395	0.7318	0.5615
Kolonlar içi	8	9.177	1.147		
Toplam	11	11.695			
Sudaki çözünürlük					
Kolonlar arası	3	175.96	58.652	6.415	0.0139
Kolonlar içi	8	72.521	9.115		
Toplam	11	248.88			

Tablo III: Sudaki çözünürlük için Student-Newman-Keuls Multiple Comparison test sonuçları

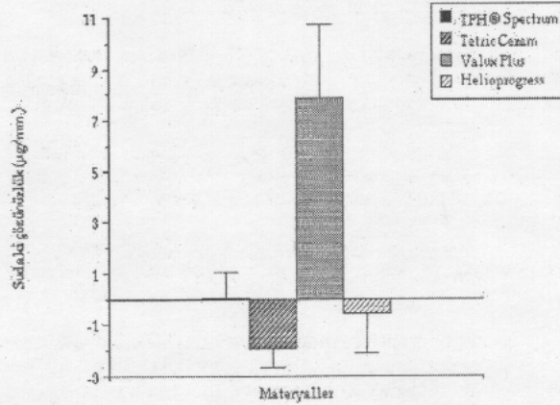
Kompozit	Ortalama Fark	q	p değeri
Tetric Ceram-Valux Plus	-2.783	3.612	$p<0.05$
Tetric Ceram-TPH [®] Spectrum	-1.951	1.119	$p>0.05$
Tetric Ceram-Helioprogress	-1.121	-	$p>0.05$
Helioprogress-Valux Plus	-8.462	4.855	$p<0.05$
Helioprogress-TPH [®] Spectrum	-0.6301	-	$p>0.05$
TPH [®] Spectrum-Valux Plus	-5.831	4.493	$p<0.05$



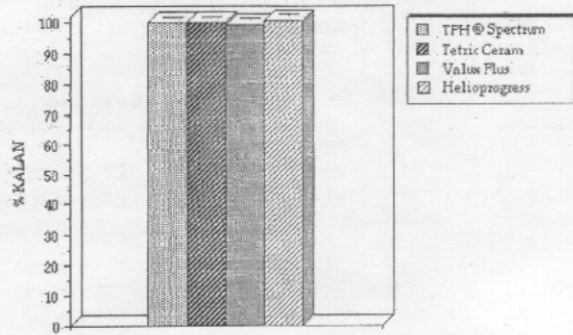
Grafik I. Materyallerin 3 ay sonraki su emilimi ortalama ve standart sapma değerleri

Sudaki çözünürlüklerini izlediğimiz bar grafiğinde (Grafik II) en fazla çözünürlük Valux Plus da görüldü, bunu Tetric Ceram ve Helioprogress takip etti. TPH Spectrum'da ise hemen hemen hiç çözünme olmamıştır.

Kalan yüzdelerinin yer aldığı Grafik III de en fazla aşınmanın Valux Plus da olduğu görüldü.



Grafik II. Kompozit materyallerin 3 ay sonundaki sudaki çözünürlüğünün ortalama ve standart sapma değerleri



Grafik III. Materyallerin 3 ay süre sonundaki değerleri

TARTIŞMA

Kompozit rezinler modern dişhekimliğinde restoratif tedavinin önemli bir grubunu oluştururlar. Bu materyallerin sulu bir zeminde, değişken ısı şartlarında ve tekrarlayan mekanik kuvvetlerin birleştiği kompleks bir ortamda uzun

süre fonksiyon görmesi beklenir.

Kompozit rezinler üzerine yapılan son yıllardaki çalışmalar bu materyallerin klinik performansı üzerine yoğunlaşmıştır. Kompozitlerin su emilimini içeren çalışmalarda materyalin mekanik özelliklerinin kötü etkilendiği bildirilmiştir.^{17,19} Aşınma ve niteliğini kaybetmiş mekanik özelliklere bağlı başarısızlıklar ağız ortamındaki nemin etkisine bağlı olarak açıklanabilir.¹⁰ Polimerlerdeki O₂ atom sayısı arttıkça su emilimi artar. Kompozit materyallerin temelinde kullanılan polimerlerin su emme davranışı göstermiştir ki suda çözünen kirlilikler kompozit rezin materyalinin su emilimini artırır ve polimer fazdan kaynaklanan seviyenin üzerine çıkarır.⁴ Su plastikleştirici rol oynar. Böylece hem reaksiyona hemde düşük molekül ağırlıklı moleküllerin emilimine yardım eder. Reaksiyona girmemiş ürünler dışarı atılır ve plastizasyon başlar.²

Doldurucusuz rezinin su emilimi volümsüz, termodinamik bir işlemdir.^{5,17} Materyali suda bekletme ve materyalin su emmesi materyali yıpratır. Kompozitlerdeki su emilimi rezindeki hidrofilik gruplar nedeniyle olur ve herbir kompozit için değişen su emilim derecesi rezinin yapısına bağlıdır.¹⁰ Genellikle düşük doldurucu yüksek rezin içeren materyallerin su emilimi daha yüksektir. Helioprogress ve Valux plus'ın daha fazla su emmesi materyallerin yapılarından, doldurucu içeriklerinden ve içerdikleri hidrofilik gruplardan kaynaklanıyor olabilir.

Restoratif materyallerin çözünürlüğü hem bozunma oranını hemde materyalin biyolojik uyumunu etkiler.²¹ Su emilimi boyutsal değişikliğe, renklenmeye ve marjin konturlarında kırılmalara yol açar. Emilim ve çözünürlük marjinal bütünlüğün, yüzey özelliklerinin ve estetiğin kaybına neden olur.^{4,22} Çözünürlüğü, çözünümün süresi, çözünüm ortamındaki solüsyonun konsantrasyonu, ortamın pH'ı, örneklerin şekli ve kalınlığı gibi birçok faktör etkilemektedir.²³ Sayılan tüm bu etkenler, her materyal için aynı olmasına rağmen materyaller arasında gözlenen farklılıklar bu materyallerin rezin matriksini oluşturan farklı monomer yapısına, çapraz bağlantı derecesine, doldurucu tipine ve hacmine bağlı olabilir.

Valux plus ve Tetric Ceram'ın daha fazla çözünmeside buna bağlanabilir.

ISO 4049, kompozit rezinlerin su emili ve çözünürlüğü belirlemek amacıyla kullanılan güvenilir standartlardan biridir. Çalışmada bu nedenle ISO 4049'u esas alıp, standartta bildirilen su emilim ve çözünürlüğü formülünden

yararlandık. Örneklerin ağırlığındaki değişiklikler standartta belirtildiği gibi ölçüldü. Başlangıçta materyalin ağırlığı belirlendi. Materyalin suya batırıldığında su emilimi ile ağırlıktaki artış, çözünmesi ile ağırlıktaki azalma kaydedildi ve formüle edildi.

Işıklı polimerize olan kompozit rezinler kompozitlere, cam iyonomer simanlara oranla daha düşük çözünürlük gösterirler.^{11,15} Ancak polimerizasyon bütümleri ve su emilimine bağlı boyutsal değişikliğe uğramaları önemli bir problemdir. Kompozit rezinlerin su emilimi ve çözünürlüğü kullanılan rezin sisteme ve kompozitin tipine bağlıdır.¹⁸ Aynı tipteki materyaller arasında meydana gelen emilim ve çözünürlük farkı seyreltilmiş, sulandırılmış rezinin farklı oranlarda olmasından kaynaklanıyor olabilir.

Diş hekimliğinde kullanılan materyallerin uzun süreli ve sağlıklı bir şekilde devamlılığı istenmektedir. Bunun için materyallerin fiziksel özelliklerinin dikkate alınması yararlı olacaktır.

KAYNAKLAR

1. Arnold AM, Arnold MA, Williams VD. Measurement of water sorption by resin composite adhesives with near infrared spectroscopy. *J Dent Res* 1992; 71: 438-442.
2. Bastioli C, Romano G, Migliaresi C. Water sorption and mechanical properties of dental composites. *Biomaterials* 1990; 11: 219-223.
3. Bowen RL. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. *JADA* 1963; 66: 57-64.
4. Braden M, Davy KWM. Water absorption characteristics of some unfilled resins. *Biomaterials* 1986; 7: 474-475.
5. Braden M, Clarke RI. Water absorption characteristics of dental microfine composite filling materials. I. Proprietary materials. *Biomaterials* 1984; 369-372.
6. Ferracane JL, Antonio RC, Matsumoto H. Variables affecting the fracture toughness of dental composites. *J Dent Res* 1987; 66: 1140-1145.
7. Hansen EK, Asmussen E. Effect of postponed polishing on marginal adaptation of resin used with dentin bonding agent. *Scand J Dent Res* 1988; 96: 260-264.
8. Hinoura K, Setcos JC, Phillips RW. Cavity design and placement techniques for class II composites. *Oper Dent* 1988; 13: 12-19.
9. International Standards Organization ISO standart 4049. Dentistry resin based filling materials Geneva ISO 1994.
10. Indrani DJ, Cook WD, Televantos F, Tyas MJ, Harcourt JK. Fracture toughness of water-aged resin composite restorative materials. *Dent Mater* 1995; 11: 201-207.
11. Iwani Y, Yamamoto H, Sato W, Kawai K, Torii M, Ebisu S. Weight change of various light-cured restorative materials after water immersion. *Oper Dent* 1998; 23(3): 132-137.
12. Jumlongras D, White GE. Bond strengths of composite resin and comonomers in primary and permanent teeth. *J Clin Pediatr Dent* 1977; 21: 223-229.
13. Kalachandra S, Wilson TW. Water sorption and mechanical properties of light-cured proprietary composite tooth restorative materials. *Biomaterials* 1992; 13: 105-109.
14. Lundin SA, Noren JG. Marginal leakage in occlusally loaded, etched, class II composite resin restorations. *Acta Odontol Scand* 1991; 49: 247-254.
15. Marin N, Jedyndakiewicz N. Measurement of water sorption in dental composites. *Biomaterials* 1998; 19 (1-3): 77-83.
16. Ortgren U, Andersson F, Elgh U, Terselius B, Karlsson S. Influence of pH and storage time on the sorption and solubility behaviour of three composite resin materials. *J Dent* 2001; 29: 35-41.
17. Oysaed H, Ruyter E. Water sorption and filler characteristics of composites for use in posterior teeth. *J Dent Res* 1986; 65: 1315-1318.
18. Pearson GJ, Longman CM. Water sorption and solubility of resin based materials following inadequate polymerization by a visible-light curing system. *J Oral Rehabil* 1989; 16: 57-61.
19. Soderholm KJ. Degradation of glass filler in experimental composites. *J Dent Res* 1981; 60: 1867-1875.
20. Tung HF, Estefan D, Scherer W. Microleakage of a condensable resin composite: An in vitro investigation. *Quintessence Int* 2000; 31: 430-434.
21. Yap AUJ. Resin-modified glass ionomer cement: a comparison of water sorption characteristics. *Biomaterials* 1996; 17: 1897-1900.
22. Yap AU, Lee CM. Water sorption and solubility of resin-modified polyalkenoate cements. *J Oral Rehabil* 1997; 24: 310-314.
23. Yoshida K, Tanagawa M, Atsuta M. In-vitro solubility of three types of resin and conventional luting cements. *J Oral Rehabil* 1998; 25: 285-291.

Yazisma Adresi:

Doç. Dr. Özgül Karacaer
GÜ. Dişhekimliği Fakültesi
Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı
06510 Emek-Ankara
Tel: 0 312 2126220/297