

ÖZGÜN ARAŞTIRMA

Silika Jel Eklenmiş ProRoot Mineral Trioksit Agregatının Çeşitli Özelliklerinin İncelenmesi

The Effect of Silica Gel Addition on Selected Properties of ProRoot Mineral Trioxide Aggregate

Uzm. Dr. Ayşe Karadayı

Marmara Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi,
Endodonti A.D., İstanbul

Orcid ID: 0000-0001-8176-6056

Prof. Dr. Fatima Betül Baştürk

Gelişim Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi,
Endodonti A.D., İstanbul

Orcid ID: 0000-0002-5494-9209

Doç. Dr. Dilek Türkaydın

Marmara Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi,
Endodonti A.D., İstanbul

Orcid ID: 0000-0002-4185-2643

Prof. Dr. Sanjay Miglani

Jamia Millia Islamia Üniversitesi,
Diş Hekimliği Fakültesi, Konservatif Diş Hekimliği &
Endodonti A.D., Yeni Delhi

Orcid ID: 0000-0003-1981-0516

Geliş tarihi: 10 Aralık 2021

Kabul tarihi: 28 Aralık 2021

doi: 10.5505/yeditepe.2023.32848

Yazışma adresi:

Ayşe Karadayı
Marmara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi
Başbüyük Yolu Maltepe/İstanbul

Tel: +90 533 052 73 43

E-posta: aysekaradayi07@icloud.com

ÖZET

Amaç: Bu çalışmamızın amacı, diş hekimliği pratiğinde sıklıkla kullanılan Mineral Trioksit Agregatı (MTA)'nın atmosferik nemle etkileşime girdiğinde fiziksel ve kimyasal özelliklerinde meydana gelen değişikliklerin incelenmesidir.

Gereç ve Yöntem: Çalışmada kullanılan malzeme 0,5 gramlık ProRoot MTA (Dentsply Maillefer, İsviçre) paketleridir. Kontrol grubu olarak paketi yeni açılmış MTA kullanılmıştır. Deney gruplarında paketi 10 saniye açık bırakıldıktan sonra kapatılmış ve 1 ay bekletilmiş ProRoot MTA veya paketi her açıldığında 10 saniye açık kalacak şekilde, toplamda 2 kez açılıp kapatılmış ve 1 ay bekletilmiş ProRoot MTA kullanılmıştır. Bu deney gruplarının yarısına paket ilk açıldığı an silika jel yerleştirilmiştir. Bu çalışmada incelenen fiziksel parametre push-out bağlanma dayanımı, kimyasal parametre ise X-Işını Kırınım (XRD) analizidir. Verilerin istatistiksel analizinde SPSS 23 programı kullanılmıştır.

BULGULAR: Grupların push-out bağlanma dayanımı değerleri birbirinden anlamlı derecede farklı bulunmuştur. PS1 grubu ortalaması, P1 ve P2 gruplarından istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir ($p=0,036 < 0,05$, $p=0,014 < 0,05$). Yapılan XRD analizinde gruplar arasında anlamlı bir fark bulunamamıştır.

Sonuç: Açılıp kapatılan paketlerdeki MTA'nın bağlanma dayanımı olumsuz yönde etkilenmektedir. Bu durum MTA'nın atmosferik nemden etkilendiğini göstermektedir. XRD sonuçlarına göre silika jel eklenmesinin materyalin kimyasal özelliklerini etkilemediği düşünülürse, MTA paketlerinin içerisine konularak raf ömrünün uzatılması önerilebilir.

Anahtar kelimeler: Push-out bağlanma dayanımı, MTA, XRD

SUMMARY

Aim: The aim of this study was to investigate the changes in physical and chemical properties of Mineral Trioxide Aggregate (MTA) when it interacts with atmospheric moisture.

Materials and Method: ProRoot MTA packages containing 0.5 gram of white MTA were investigated. Fresh ProRoot MTA packages were served as the control group. MTA packages which were left open for 10 seconds were capped back and left for a month or MTA packages which were left open for 10 seconds once in every 15 day were capped back and investigated at the end of a month in the experimental groups. Half of these experimental groups featured a silica gel as a desiccant once the package was opened. Push-out bond strength and chemical characterization of both control and experimental groups were analyzed.

Results: The push-out bond strength values of the groups were significantly different from each other. PS1 group was significantly higher than the P1 and P2 groups ($p = 0.036 < 0.05$, $p = 0.014 < 0.05$). No significant differences were found between the groups in the XRD analysis.

Conclusion: The push-out bond strength of MTA in opened packages were adversely affected. This showed that the material was affected by the atmospheric moisture. Considering the fact that the silica gel did not interfere with the elemental analysis of the material, the addition of silica gel into the MTA packages might be recommended to extend its shelf-life.

Keywords: Push-out bond strength, MTA, XRD

GİRİŞ

Atmosferik nem dental materyallerin fiziksel ve kimyasal özelliklerini etkiler.¹ Mineral trioksit agregatı (MTA) tozunun higroskopik olması nedeniyle, atmosferik neme maruz bırakıldığında, su ile karıştırılmış MTA tozu ile aynı şekilde reaksiyona girmesi beklenebilir.² Atmosferik nem, MTA'nın partikül boyutunu artırır.³ Büyük bir partikül, oluşturduğu küçük partiküllerinin toplamından daha az bir yüzey alanına sahip olacağından daha az nem emebilecektir.³ Daha ince partiküller materyalin dentin tübüllerine daha iyi nüfuz etmesini sağlayarak³, ilk 24 saat içerisindeki kalsiyum hidroksit salınımını, sıkıştırma ve eğilme dayanımlarını arttırır.^{4,5}

ProRoot MTA genellikle 0,5 gram veya 1 gramlık ambalajlarda bulunmaktadır ve üretici firma tek kullanım önermektedir. Bu nedenle, kullanılabildiği kadar paket açılmamalı ve pakette kalan toz tekrar kullanılmamalıdır. Ancak materyalin yüksek maliyeti klinik kullanımı etkilemektedir.⁶ Diş hekimlerinin %85'i, maliyet önemli olmadığından MTA'yı diğer materyallere tercih etmektedir.⁶ MTA'nın maliyeti, eğitim kurumları tarafından kullanımını da sınırlandırmaktadır.⁷ Üretici firma tek kullanım önerse de, 1 gram MTA 7 klinik uygulamada kullanılacak miktardadır.⁵ Bu durum MTA paketinin sık sık açılıp ve kapatılmasına, dolayısıyla MTA tozunun atmosferik nem ile etkileşime girmesine neden olur.⁵

Push-out bağlanma dayanımı

Endodontik materyal ve dentin arasındaki bağlanma dayanımını ölçmek için günümüzde uygulanan yöntemlerden biri "push-out" testidir.^{8,9} Teknik, dentin içerisinde belirli çaptaki silindirik kavitelerin içine yerleştirilen materyalin yer değiştirmesine neden olan kuvvetin hesaplanması esasına dayanmaktadır.¹⁰ Dentinden belirli kalınlıklarda diskler alınır ve disklerin ortasında olacak şekilde hazırlanan kavitenin içerisine test edilecek materyaller yerleştirilir, sonrasında bir uç yardımı ile kavite içerisindeki

materyal kök kanalından itilir. Dentin diski ve ortasındaki malzemeyi ayırmayı sağlayan maksimum kuvvet bağlanma dayanımı değeridir.¹¹

X-ışını kırınımı analizi

X-ışını kırınımı (XRD) analizi, metaller, seramikler, kompozitler gibi kristal yapıdaki malzemelerin atom dizilişlerini ve içerisindeki fazların belirlenmesini sağlayan objektif bir analiz yöntemidir.^{12,13} XRD analizinde incelenecek materyal üzerine belirli bir açıda X ışını gönderilir ve yüzeye çarpan ışın aynı açıyla yansır. Yansıyan X ışınlarının miktarı ve üç boyutlu konfigürasyonu, materyallerin kristal yapısındaki kendine özgü atom dizilimine işaret eder.¹³ XRD düzenekleri; x-ışını kaynağı, tutucu ve dedektör olmak üzere üç ana yapıdan meydana gelir.¹⁴ Literatürde MTA'nın toz ve hidrate formlarının XRD^{4,15,16} ve XRD ile birlikte Rietveld analizi^{17,18,19} ile incelendiği çok sayıda çalışma vardır.

Silika jel, nemi emen bir sodyum silikattır. Gıdaların, sebze ürünlerinin, deri ürünlerin, kimyasal boyaların bozulmasını önlemek için kullanılır. Son zamanlarda MTA şişelerinin iç yüzeylerinde kullanılmaya başlanmıştır.

Bu çalışmanın amacı; silika jelin, atmosferik nemin MTA tozu ile etkileşimini önleyip önleyemeyeceğini değerlendirmektir. Hipotezimiz, silika jel ilavesinin MTA tozunun zamanından önce hidrasyonunu önleyeceğidir.

GEREÇ VE YÖNTEM

Çalışmada kullanılan materyal 0,5 gram ProRoot MTA'dır (Dentsply Maillefer, İsviçre).

MTA paketlerinin yarısına silika jel yerleştirilmiştir. Çalışmamızda MTA paketlerinin içine sığabilmesi için eni 2 cm ve boyu 3 cm olacak şekilde üretilmiş mavi renkteki silika jel paketleri (Pillow Pak) tercih edilmiştir. Silika jel, MTA paketlerinin içerisine yerleştirilmeden önce otoklavda steril edilmiştir.

Kontrol grubu

Çalışmanın kontrol grubu paketi yeni açılmış taze ProRoot MTA'dır.

Deney grupları

Grup P1: ProRoot MTA paketi açılıp 10 saniye sonra kapatılmıştır. 1 ay süreyle klinik koşullarında bekletilmiştir.

Grup PS1: ProRoot MTA paketi açıldığı an içerisine silika jel yerleştirilip 10 saniye sonra kapatılmıştır. 1 ay süreyle klinik koşullarında bekletilmiştir.

Grup P2: ProRoot MTA paketi toplamda 2 kez olmak üzere açılıp 10 saniye sonra kapatılmıştır. 1 ay süreyle klinik koşullarında bekletilmiştir.

Grup PS2: ProRoot MTA paketi açıldığı an içerisine silika jel yerleştirilip toplamda 2 kez olmak üzere açılıp 10 saniye sonra kapatılmıştır. 1 ay süreyle klinik koşullarında bekletilmiştir.

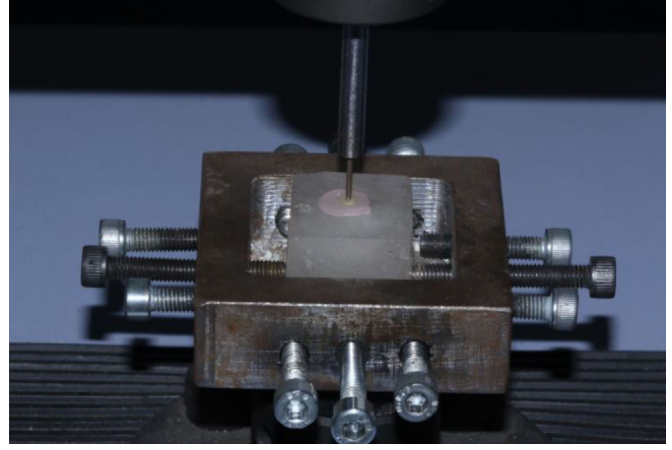
Bu çalışmada 15 adet yeni çekilmiş insan üst santral diş kullanılmıştır. Dişlerin kök yüzeyindeki artıklar kavitron yardımıyla uzaklaştırıldıktan sonra dişlerin polisajı yapılmıştır. Kökler otoklavda sterilize edilmiştir. Örnekler kullanılıncaya kadar salin solüsyonunda (Biofarma ilaç San Tic Ltd Şti, İstanbul, Türkiye) bekletilmiştir. Tüm dişler mine sement sınırından ayrılmıştır. Düşük hızda dönen 0,4 mm kalınlığında elmas diskler (IsoMet, Buehler, Lake Bluff, NY) kullanılarak su soğutması altında, her bir kökün orta üçlüsüne denk gelen bölgesinden 1.0 mm kalınlığında 3'er yatay kesit alınmıştır. Elde edilen dentin disklerinin kalınlıkları dijital kumpas ile ölçülmüştür. Her kesitteki kanal boşlukları #2, #3, #4 ve #5 gates glidden frezler (Mani Inc, Tachigiken, Japan) ile genişletilmiştir. Elde edilen kesitler rastgele 5 gruba ayrılmıştır (n = 45).

Yapılan power analiz sonucunda her grupta en az 7 numune olması gerektiği saptanmıştır. Çalışma dışı kalabilecek (drop-out) numuneler de hesaplanıp, çalışmada grup başına 9 numune kullanılmıştır.

Debrisin uzaklaştırılması için dentin diskleri %2.5'lik NaOCl solüsyonuna 15 dk daldırılıp ardından 1 dk boyunca distile suda bekletilmiştir. Smear tabakasının inorganik kısmını uzaklaştırmak amacıyla 3 dk %17'lik EDTA (Titriplex@ III, Merck, Darmstadt, Germany) içinde ardından 1'er dk distile su, %2.5'lik NaOCl ve tekrar distile su içinde bekletilmiştir. Oluşan kanal boşlukları paper pointler yardımıyla (Diadent, Kore) kurutulmuştur. MTA dolumuna hazır hale gelen diskler hassas terazi (Nimbus, NBL423e, Adam Equipment Inc., Oxford, İngiltere) yardımıyla; kontrol grubu ve deney gruplarındaki ProRoot MTA tozları, likitleri ile 3:1 oranında karıştırıldıktan sonra plugger yardımı ile kanal boşluğuna kondanse edilmiştir. Numunelerin yüzeyindeki taşkın materyaller bir bistüri yardımı ile uzaklaştırılmıştır. Daha sonra örneklerin alt ve üst yüzeyleri ıslak gazlı beze sarılarak 37°C'de %100 nemli bir inkübatörde (Nüve İnkübatör, Nüve, Ankara, Türkiye) 1 hafta süreyle bekletilmiştir.

Push out bağlanma dayanımı

Push-out bağlanma dayanımı değerleri üniversal bir test cihazı (Instron Universal test makinesi; Elista, İstanbul, Türkiye) kullanılarak ölçülmüştür. Push-out testi düzeneği resim-1'de gösterilmiştir.



Resim 1

Numuneler, pistonun serbest hareketine izin vermek için merkezinde bir delik olan metal bir levha üzerine yerleştirilmiştir.

İtme kuvveti, dentin disklerinin merkezindeki MTA üzerine konumlandırılan 1 mm çapındaki metal uç vasıtasıyla, 1 mm/dak sabit hız ile MTA ve dentin arasında ya da simanın kendi içindeki bağlantıda yer değiştirme/kopma gerçekleşene kadar uygulanmıştır. Maksimum bağlanma direnci değeri Newton cinsinden kaydedilmiş ve test cihazı tarafından kaydedilen yük/zaman eğrisindeki ani düşüş ile doğrulanmıştır. Newton cinsinden elde edilen veriler Megapaskal (Mpa)'a dönüştürülmüştür. Veriler TRAPEZİUM X yazılımı (Shimadzu Corporation) kullanılarak kaydedilmiştir.

Push-out bağlanma dayanımı değerlerinin MPa cinsinden hesaplanması için kullanılan formül aşağıdaki gibidir: Push-out bağlanma dayanımı (MPa) = Maksimum yük (N) / Kök kanal dolgusunun bağlantı alanı (mm²)

Kök kanal dolgusunun bağlantı alanı ise $2\pi rh$ formülü ile hesaplanmıştır. Bu formülde π sabit değer olup 3,14 olarak hesaplanmıştır. Kök kanalının yarıçapı 'r', kesit kalınlığı 'h' şeklinde ifade edilmiştir.

X-ışını kırınım analizi

İstenmeyen pikleri önlemek için tek kristalden yapılmış ve iç boyutları 0.1 mm yüksekliğinde ve 20.0 mm çapında olan tutucu kullanılmıştır. MTA tozu steril bir cam ile homojen bir yüzey sağlamak amacıyla hafif basınçla yerleştirilmiştir.

X-ışını difraktometresi (XRD, Bruker D2 Phaser, Karlsruhe, Almanya), 1,54184 Å dalga boyuna sahip 30 Kv ve 10 mA Cu tüpte Ni filtreli CuK α radyasyonu kullanılmıştır. Taramalar 10° -70° 2 θ aralığında yapılmıştır. Test edilen malzemelerin kırınım modellerini temsil eden pikler, Uluslararası Kırınım Verileri Merkezi (ICDD) veritabanında bulunan toz kırınım dosyalarında (PDF) belgelenen standart verilerle eşleştirilmiştir.

BULGULAR

ProRoot MTA'nın kontrol ve deney gruplarında minimum ve maksimum push-out bağlanma değerleri sırasıyla 0,62 ve 12,89 MPa'dır. Grupların ortalama ve minimum-maksimum değerleri Tablo-1'de gösterilmiştir.

Tablo 1. Grupların push out bağlanma dayanımı değerleri

Bağlanma Dayanımı	Ort ± SD	Min - Max	p (sig.)
Kontrol Grubu (n=9)	6,21 ± 2,83	3,18 – 11,23	0,007**
P1 Grubu (n=9)	3,54 ± 1,92	1,31 – 6,56	
PS1 Grubu (n=9)	7,35 ± 3,58	1,61 – 11,61	
P2 Grubu (n=9)	3,07 ± 1,34	0,62 – 4,91	
PS2 Grubu (n=9)	5,66 ± 3,19	2,11 – 12,89	

Tüm grupların ortalama değeri $5,17 \pm 3,05$ MPa'dır. Push-out bağlanma dayanımı açısından grup ortalamaları arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılıklar vardır ($p < 0,05$). PS1 grubu push-out bağlanma dayanımı değerlerinin ortalaması, P1 grubundaki push-out bağlanma dayanımı değerleri ortalamasından istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksek bulunmuştur ($p = 0,036 < 0,05$). PS1 grubu push-out bağlanma dayanımı ortalaması, P2 grubu push-out bağlanma dayanımı ortalamasından istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksek bulunmuştur ($p = 0,014 < 0,05$).

XRD sonuçları ProRoot MTA tozunun esas olarak kalsiyum silikat oksit ve bizmut oksitten oluştuğunu göstermiştir. Kontrol ve deney gruplarının XRD analizleri birbirine çok benzerdir (Şekil-1). Tüm gruplar aynı ana pikleri vermiştir: Kalsiyum silikat (CS) (ICDD: 00-055-0738) $32,1637$, $32,5871$ ve $34,3447^\circ 2\theta$; bizmut oksit (Bi) (ICDD: 00-027-0053) $27,4090$, $33,0546$ ve $33,2566^\circ 2\theta$; kalsiyum karbonat (Cal) (ICDD: 00-005-0586) $20,7048$, $29,3804$ ve $47,6097^\circ 2\theta$; kalsiyum alüminyum oksit (CAO) (ICDD: 00-001-1051) $33,1806$, $47,6097$ ve $59,2313^\circ 2\theta$; trikalsiyum alüminat (TA) (ICDD: 00-038-1429) $33,1965$, $47,6667$ ve $59,3246^\circ 2\theta$; kuvars (Q) (ICDD: 01-070-2538) $29,5462$, $41,6512$ ve $42,8927^\circ 2\theta$; hidroksiapatit (HA) (ICDD: 00-001-1008) $25,9005$, $32,0808$ ve $49,5402^\circ 2\theta$; kalsiyum hidroksit (CH) (ICDD: 00002-0967) $34,0903$, $47,0864$ ve $50,7180^\circ 2\theta$.

Tüm gruplarda kalsiyum hidroksit pikleri olduğu görülmüştür. İstatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmamasına rağmen kalsiyum hidroksitin en belirgin olduğu piklerden alınan grafik görüntülerinde, en az kalsiyum hidroksit yo-

ğunluğu kontrol grubunda gözlenmiştir.

TARTIŞMA

ProRoot MTA, toz ve sıvıdan oluşan bir materyaldir. Toz/sıvı oranı düşük tutulduğunda malzemenin çözünürlüğü ve porözitesi artarken; bu oran yüksek olduğunda MTA hidrasyonunun yetersiz olduğu gözlemlenmiştir.^{20,21,22} Bunun yanında farklı gönüllüler ile yapılan bir çalışmada, değişen toz/sıvı oranının malzemenin mikrosertlik ve basınç dayanımı değerlerini etkilemediği görülmüştür.²³

Daha önce ambalajı açılmamış MTA'nın fiziksel ve kimyasal özelliklerinin en üst düzeyde olduğu düşünülerek kontrol grubu oluşturulmuştur. Deney grupları oluşturulurken klinik kullanımı taklit etmek amaçlanmıştır. Üretici firmanın tek kullanım önermesine rağmen, Ha ve ark. (2014) 1 gram MTA'nın 7 kullanıma kadar kullanılabileceğini belirtmiştir.¹ Çalışmamızda 0,5 gram MTA kullanıldığı için deney gruplarındaki MTA paketi en fazla 3 defa açılıp kapatılmıştır. Ayrıca üniversite hastanesinde 0,5 gram ProRoot MTA'nın kaç kez kullanıldığını görmek için pilot çalışma yapılmıştır. Her paket ortalama üç uygulama için kullanılmıştır. Bu nedenle P2 ve PS2 gruplarında bu durumu simüle etmek amaçlanmıştır.

Partikül boyutu arttığında MTA'nın fiziksel ve kimyasal özellikleri olumsuz etkilenir.^{5,20,24} Açılıp kapatılan paketlerde partikül boyutundaki değişimin neden olduğu bozulmayı en aza indirmek için deney gruplarındaki MTA paketlerinin yarısına silika jel eklenmiştir.

XRD analizinde, silika jelin MTA'nın atmosferik nem ile etkileşimini önleyip önlemediğini değerlendirmek için MTA tozu incelenmiştir. Numunelerde kalsiyum hidroksit piklerinin varlığı ve piklerin yoğunlukları değerlendirilmiştir.

Yapılan çalışmalarda MTA'nın push-out bağ kuvveti değerlerinin 1,66 ile 9,46 MPa arasında değiştiği bildirilmiştir.^{25,26,27} Çalışmamızda MTA'nın kontrol ve deney gruplarındaki push-out bağlanma dayanımı değerleri sırasıyla 6.21, 3.54, 7.35, 3.07 ve 5.66 MPa olarak bulunmuştur. Bu değerler literatürdeki diğer çalışmalar ile uyumludur.

Ortalama değerler göz önüne alındığında, silika jel içeren deney gruplarının silika jel içermeyenlere göre daha yüksek bağlanma değerlerine sahip olduğu ortaya çıkmıştır ($p < 0,05$). Yapılan ikili karşılaştırmalarda PS1 grubunun hem P1 hem de P2 grubunun bağlanma dayanımı değerinden yüksek olması bir kez açılıp kapatılan ve içerisine silika jel yerleştirilen numunenin iki kez açılıp kapatılan ve içerisine silika jel yerleştirilen numuneye göre fiziksel özellikleri daha iyi koruduğuna işaret edebilir.

Yapılan XRD analizinde MTA'nın temelde kalsiyum silikat ve bizmut oksitten oluştuğu gözlemlenmiştir. Bunun yanında kalsiyum karbonat, trikalsiyum alüminat, hidroksiapatit, kuartz, kalsiyum alüminyum oksit, hidroksiapatit ve portlandite (kalsiyum hidroksit) fazları tanımlanmıştır.

Camilleri (2008) yaptığı çalışmada hem toz hem de hid-

rate olmuş MTA'da gypsum bulunmadığını bildirmiştir.¹⁹ Bizim çalışmamızın sonucu da bu bilgiyi doğrulamıştır. Camilleri (2008), toz MTA'nın XRD analizini yayınlamış ve bu sonuçlar Belio-Reyes ve ark. (2009), tarafından doğrulanmıştır.^{17,19} İki çalışma arasındaki temel fark, trikalsiyum alüminat fazının yokluğudur. Bizim çalışmamızda ise Belio-Reyes ve ark. (2009), yaptıkları çalışmaya benzer olarak trikalsiyum alüminat fazı görülmüştür.¹⁷ Bu iki çalışmada düşük miktarda da olsa kalsiyum sülfat (anhidrit) fazı olduğu rapor edilirken bizim çalışmamızda XRD analizinde kalsiyum sülfat fazı bulunmamıştır.^{17,19} Sülfat fazının materyalin partikül büyüklüğü ile ilgili olduğu düşünülmektedir.¹⁷ Partiküllerin büyüklüğü ve şeklinin karakterizasyonu önemli bir parametredir.¹⁷ MTA Angelus'un partikülleri, ProRoot MTA'dan daha büyüktür ve daha düşük daireselliğe sahiptir.³ Bu nedenle, ProRoot MTA'nın MTA Angelus'a kıyasla daha homojen bir kimyasal yapıya sahip olduğu bildirilmiştir.^{28,29} Hidrofilik bir materyalin partikül büyüklüğünün azalmasıyla hidrasyon reaksiyonu güçlendirilebilir.²⁰ Küçük partiküllerin total ıslanabilir yüzey alanı daha fazla olduğundan nemi daha fazla absorbe edebilir.^{1,3} Bu durum kalsiyum silikat partiküllerinin, kalsiyum silikat hidrat ve kalsiyum hidroksite dönüşmesine katkıda bulunmaktadır.^{1,3}

Camilleri (2008) ile bizim çalışmamız arasındaki bir diğer önemli fark ise yaptığımız analizde toz MTA'da kalsiyum hidroksit fazının olmasıdır.¹⁹

Kalsiyum hidroksit fazının sadece hidrate MTA numunelerinde görülmesi beklenmektedir.^{16,21} Basturk ve ark. (2017), MTA'yı farklı tekniklerle karıştırarak yaptıkları çalışmada ProRoot MTA için bu bilgiyi doğrulamışlardır.³⁰ Nekoofar ve ark. (2011), çalışmalarında ProRoot MTA'nın hidrate formununun 18° 20 açıda pik yaptığını bildirmiştir.³¹ Kalsiyum silikat hidrat ve kalsiyum hidroksit, hidrasyon reaksiyonunun ürünleridir.³² Amorf yapısı sebebiyle kalsiyum silikat hidrat XRD analizinde tanımlanamazken³³, kalsiyum hidroksit kolaylıkla tespit edilebilir.³⁴ Toz numunenin analizinde kalsiyum hidroksite rastlanması minimum düzeyde de olsa hidrasyon reaksiyonunun başladığına işaret edebilir. Karadayı ve ark. (2019), toz halindeki Endocem MTA ve Endocem Zr materyallerinde kalsiyum hidroksit fazı olduğunu rapor etmişlerdir.³⁵ Çalışmamızda hem kontrol hem de deney gruplarının tümünde kalsiyum hidroksit pikleri olduğu görülmüştür. Gruplar arasında anlamlı bir fark bulunmamasının nedeni ProRoot MTA'nın yapısının stabil olmasına bağlanabilir. Ancak kalsiyum hidroksitin en belirgin olduğu piklerden alınan grafik görüntülerinde, en az kalsiyum hidroksit yoğunluğu kontrol grubunda gözlenmiştir. Bununla birlikte silika jel içeren grupların kalsiyum hidroksit yoğunluğunun da diğer deney gruplarına göre daha düşük olması çalışmamızda kurduğumuz hipotezi destekler niteliktedir.

Diş hekimliği kliniklerinde paketleri sık sık açılıp kapatı-

larak kullanılan MTA tozlarının bağlanma dayanımının olumsuz etkilendiği görüldüğü için öncelikle firmaların da önerdiği gibi tek kullanım tavsiye edilmektedir. Mali sebeplerden ötürü tekrarlanan açılıp kapatılmalarda paket açıldığı an içerisine silika jel yerleştirilmesi, materyalin fiziksel özelliklerini korumayı sağlamaktadır. Bu şekilde malzemenin raf ömrü uzatılabilir ve ideal özellikleri korunarak MTA'dan en yüksek düzeyde verim alınabilir.

SONUÇLAR

MTA'nın paketleri açılır açılmaz atmosferik nemden dolayı minimal düzeyde de olsa hidrasyon reaksiyonu başlamaktadır. MTA paketlerinin açılıp kapatılması malzemenin bağlanma dayanımını olumsuz etkilemektedir. Silika jel ilavesi, bir kaç kez açılıp kapatılan paketlerdeki MTA'yı atmosferik nemden korunması için etkili bulunmuştur. Ancak tekrarlanan açılıp-kapatılmalarda silika jel beklenen nem emme kapasitesini gösterememekte ve MTA'nın atmosferik nemden etkilenmesini önleyememektedir.

KAYNAKLAR

1. Ha WN, Kahler B, Walsh LJ. Particle size changes in unsealed mineral trioxide aggregate powder. J Endod. 2014;40(3), 423-6.
2. Parirokh M, Torabinejad M. Mineral trioxide aggregate: a comprehensive literature review--Part III: Clinical applications, drawbacks, and mechanism of action. J Endod. 2010;36(3): 400-413.
3. Komabayashi T, Spångberg LS. Comparative analysis of the particle size and shape of commercially available mineral trioxide aggregates and Portland cement: a study with a flow particle image analyzer. J Endod. 2008;34(1):94-8.
4. Basturk FB, Nekoofar MH, Günday M, Dummer PM. The effect of various mixing and placement techniques on the compressive strength of mineral trioxide aggregate. J Endod. 2013;39(1):111-4.
5. Ha WN, Kahler B, Walsh LJ. The influence of particle size and curing conditions on testing mineral trioxide aggregate cement. Acta biomaterialia odontologica Scandinavica. 2016;2(1), 130-7.
6. Seale SN, Glickman GN. Contemporary Perspectives on Vital Pulp Therapy: Views From the Endodontists and Pediatric Dentists. Pediatric Dentistry. 2008;30(3): 261-267.
7. Tanalp J, Karapinar-Kazandag M, Ersev H, Bayirli G. The status of mineral trioxide aggregate in endodontics education in dental schools in Turkey. Journal of Dental Education. 2012;76(6), 752-8.
8. Patierno JM, Rueggeberg FA, Anderson RW, Weller RN, Pashley DH. Push-out strength and SEM evaluation of resin composite bonded to internal cervical dentin. Endodontics & dental traumatology. 1996;12, 5, 227-36.

- 9.** Reyes-Carmona JF, Felipe MS, Felipe WT. A phosphate-buffered saline intracanal dressing improves the biomineralization ability of mineral trioxide aggregate apical plugs. *J Endod.* 2010b;36, 10, 1648-52.
- 10.** Sousa-Neto MD, Silva Coelho FI, Marchesan MA, Alfredo E, SilvaSousa YT. Ex vivo study of the adhesion of an epoxy-based sealer to human dentine submitted to irradiation with Er : YAG and Nd : YAG lasers. *Int Endod J.* 2005;38 (12), 866-870.
- 11.** Frankenberger R, Kramer N, Petschelt A. Technique sensitivity of dentin bonding: effect of application mistakes on bond strength and marginal adaptation. *Operative dentistry.* 2000;25, 4, 324-30.
- 12.** Talik E, Babiarz-Zdyb R, Dziedzic A. Chemical characterization of selected high copper dental amalgams using XPS and XRD techniques. *J Alloys Compd.* 2005; 398(1-2): 276-282.
- 13.** He BB. Two-Dimensional X-Ray Diffraction. 1 st ed. New Jersey: Wiley; 2009
- 14.** Cullity BD, Stock SR. Elements of X-Ray Diffraction. 3rd ed. New Jersey: Prentice Hall; 2001.
- 15.** Asgary S, Parirokh M, Eghbal MJ, Stowe S, Brink F. A qualitative X-ray analysis of white and grey mineral trioxide aggregate using compositional imaging. *J Mater Sci Mater Med.* 2006;17(2):187-91.
- 16.** Park JW, Hong SH, Kim JH, Lee SJ, Shin SJ. X-ray diffraction analysis of white ProRoot MTA and Diadent BioAggregate. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol Oral Radiol Endod.* 2010;109(1):155-8.
- 17.** Belío-Reyes IA, Bucio L, Cruz-Chavez E. Phase composition of ProRoot mineral trioxide aggregate by X-ray powder diffraction. *J Endod.* 2009;35(6): 875-8.
- 18.** Camilleri J, Sorrentino F, Damidot D. Investigation of the hydration and bioactivity of radiopacified tricalcium silicate cement, Biodentine and MTA Angelus. *Dent Mater.* 2013;29(5):580-93.
- 19.** Camilleri J. Characterization of hydration products of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2008;41(5): 408-17.
- 20.** Fridland M, Rosado R. Mineral trioxide aggregate (MTA) solubility and porosity with different water-to-powder ratios. *J Endod.* 2003;29(12):814-7.
- 21.** Walker MP, Diliberto A, Lee C. Effect of setting conditions on mineral trioxide aggregate flexural strength. *Journal of endodontics.* 2006;32(4): 334-336.
- 22.** Basturk FB, Nekoofar MH, Gunday M, Dummer PM. Effect of varying water-to-powder ratios and ultrasonic placement on the compressive strength of mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2015;41(4), 531-4.
- 23.** Aytore Kosar M, Basturk FB, Turkyaydin D, Nekoofar MH. The effect of operator-induced variability on the physical properties of ProRoot MTA. *Nigerian Journal of Clinical Practice.* 2020;23(8), 1068-1062.
- 24.** Basturk FB, Nekoofar MH, Gunday M, Dummer PM. Effect of various mixing and placement techniques on the flexural strength and porosity of mineral trioxide aggregate. *J Endod.* 2014;40(3), 441-5.
- 25.** de Almeida J, Felipe MC, Bortoluzzi EA, Teixeira CS, Felipe WT. Influence of the exposure of MTA with and without calcium chloride to phosphate-buffered saline on the push-out bond strength to dentine. *International endod journal.* 2014;47, 5, 449-53.
- 26.** Guneser M, Akbulut MB, AU. E. Effect of various endodontic irrigants on the push-out bond strength of biodentine and conventional root perforation repair materials. *J Endod.* 2013;39:380-4.
- 27.** Milani AS, Froughreyhani M, Aghdam SC, Pournaghiazar F, Jafarabadi M. Mixing with Propylene Glycol Enhances the Bond Strength of Mineral Trioxide Aggregate to Dentin. *J Endod.* 2013;39(11):1452-1455.
- 28.** Song JS, Mante FK, Romanow WJ, Kim S. Chemical analysis of powder and set forms of Portland cement, gray ProRoot MTA, white ProRoot MTA, and gray MTA-Angelus. *Oral Surgery, Oral Medicine, Oral Pathology, Oral Radiology, and Endodontology.* 2006;102(6): 809-815.
- 29.** Dammaschke T, Gerth HU, Züchner H, Schäfer E. Chemical and physical surface and bulk material characterization of white ProRoot MTA and two Portland cements. *Dent Mater.* 2005;21(8):731-8.
- 30.** Basturk FB, Nekoofar MN, Gunday M, Dummer PMH. X-ray diffraction analysis of MTA mixed and placed with various techniques. *Clinical Oral Investigations (2017):* 1-6.
- 31.** Nekoofar MH, Davies TE, Stone D, Basturk FB, Dummer PMH. Microstructure and chemical analysis of blood-contaminated mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2011;44:1011-1018.
- 32.** Camilleri J. Hydration mechanisms of mineral trioxide aggregate. *Int Endod J.* 2007;40(6):462-70.
- 33.** Camilleri J. The color stability of white mineral trioxide aggregate in contact with sodium hypochlorite solution. *J Endod.* 2014;40(3):436-40.
- 34.** Gandolfi MG, Van Landuyt K, Taddei P, Modena E, Van Meerbeek B, Prati C. Environmental scanning electron microscopy connected with energy dispersive x-ray analysis and Raman techniques to study ProRoot mineral trioxide aggregate and calcium silicate cements in wet conditions and in real time. *Journal of endodontics.* 2010;36(5): 851-857.
- 35.** Karadayi A, Turkyaydin D, Basturk FB. Chemical composition of pozzolan-based mineral trioxide aggregate: An X-ray diffraction analysis. *Acta Scientific Dental Sciences.* 2019;4-1.