

T.C.
İZMİR KÂTİP ÇELEBİ ÜNİVERSİTESİ DİŞ HEKİMLİĞİ
FAKÜLTESİ PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI

**SOĞUK PLAZMA UYGULAMASININ
DENTAL ZİRKONYANIN YÜZEY ÖZELLİKLERİNE VE REZİN
SİMANLA BAĞLANTISINA ETKİLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

UZMANLIK TEZİ
Dt. Merve ALTUNTAŞ

TEZ DANIŞMANI
Yrd. Doç. Dr. Özlem ÇÖLGEÇEN

İZMİR
Ocak 2018

T.C.
İZMİR KÂTİP ÇELEBİ ÜNİVERSİTESİ DİŞ HEKİMLİĞİ
FAKÜLTESİ PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI

**SOĞUK PLAZMA UYGULAMASININ
DENTAL ZİRKONYANIN YÜZEY ÖZELLİKLERİNE VE REZİN
SİMANLA BAĞLANTISINA ETKİLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

UZMANLIK TEZİ
Dt. Merve ALTUNTAŞ

TEZ DANIŞMANI
Yrd. Doç. Dr. Özlem ÇÖLGEÇEN

Bu tez İzmir Kâtip Çelebi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri tarafından 2017-TDU-
DİŞF-0031 numaralı proje ile desteklenmiştir.

İZMİR
Ocak 2018

T.C.
İZMİR KÂTİP ÇELEBİ ÜNİVERSİTESİ DİŞ HEKİMLİĞİ
FAKÜLTESİ PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI

TEZ ADI

**SOĞUK PLAZMA UYGULAMASININ
DENTAL ZİRKONYANIN YÜZEY ÖZELLİKLERİNE VE REZİN
SİMANLA BAĞLANTISINA ETKİLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

TEZİ HAZIRLAYAN
Dt. Merve ALTUNTAŞ

Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı Uzmanlık Programı çerçevesinde yürütülmüş olan bu çalışma aşağıdaki jüri tarafından “Diş Hekimliğinde Uzmanlık Tezi” olarak kabul edilmiştir.

Tez Savunma Tarihi 15/01/2018

BAŞKAN

İmza

..... Üniversitesi

ÜYE

İmza

..... Üniversitesi

ÜYE

İmza

..... Üniversitesi

ÜYE

İmza

..... Üniversitesi

ÜYE

İmza

..... Üniversitesi

ÖNSÖZ

Protetik Diş Tedavisi uzmanlık eğitimim ve tez çalışmam süresince bana destek olan ve zaman ayıran değerli danışman hocam Yrd. Doç. Dr. Özlem Çölgeçen'e,

Tezimin hazırlanmasında ayrıca çok büyük katkıları olan ve hiçbir zaman desteklerini esirgemeyen saygıdeğer Yrd. Doç. Dr. Utku Kürşat Ercan ve sevgili arkadaşım Elif Çukur'a,

Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı Başkanımız Prof. Dr. Bora Bağış başta olmak üzere, uzmanlık eğitimim süresince bilgi ve deneyimlerini benimle paylaşan ve yardımlarını esirgemeyen değerli hocalarım Doç. Dr. Ender AKAN, Yrd. Doç. Dr. Dilek Enhoş ve Doç. Dr. Süleyman AGÜLOĞLU'na,

Uzmanlık eğitimim boyunca sadece meslektaş olarak değil, dostlukları ile de yanımda olduklarını hissettiğim başta kıdemlim Dt. Ahmet Keski olmak üzere, Dt. Emre Velioğlu, Dt. İ. Talha Meşe, Uzm. Dt. Gözde Sular, Dt. Gözde Veyisoğlu ve birlikte çalıştığım diğer tüm çalışma arkadaşlarım ile bölümümüz çalışanlarına,

Desteğini yürekten hissettiğim Ekin Koç'a,

Hayatımın pek çok döneminde acı ve sevinçlerimi paylaştığım, beni hiçbir durumda yalnız bırakmayan ve bu süreçte de desteklerini esirgemeyen çok sevgili dostlarım Çağla Şahin, Damla Kanboz, Gözde Ütkür, Pınar Adımcı, Duygu Yazgın ve Çile Yangıç'a,

Evlatları olduğum için kendimi çok şanslı hissettiğim, benimle gurur duyduklarını her zaman hissettiren, gösterdikleri çok büyük sevgi, şefkat ve hoşgörünün yanı sıra, fikirlerime olan saygı ve destekleri ile hiçbir fedakârlıktan kaçmadan bugünkü konumuma gelmemde ve başarılarımda en büyük paya sahip olan canımdan öte aileme sonsuz teşekkür ederim.

15 Ocak 2018

Merve ALTUNTAŞ

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ	ii
İÇİNDEKİLER	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
RESİMLER DİZİNİ	x
TABLolar DİZİNİ	xii
1. GİRİŞ	1
2. GENEL BİLGİLER	3
2.1. Dental Seramikler	3
2.1.1. Dental seramiklerin tanımı ve tarihsel gelişimi	3
2.2. Tam Seramikler	5
2.2.1. Tam seramiklerin sınıflandırılması	5
2.3. Diş Hekimliğinde Zirkonya	9
2.3.1. Zirkonyum ve özellikleri	9
2.3.2. Zirkonyanın kristal yapısı	10
2.3.3. Zirkonyanın faz dönüşümleri	11
2.3.4. Zirkonyanın sertleştirme (transformasyon) mekanizması	11
2.3.5. Zirkonyanın yaşlanması (düşük ısı bozunması-low temperature degradation)	12
2.3.6. Zirkonyanın diş hekimliğinde kullanımı	12
2.3.7. Dental zirkonya blokların sınıflandırılması	13
2.4. Tam Seramiklerin Simantasyonu ve Adezyon	15
2.5. Rezin Simanlar	17

2.6. Adeziv Simantasyon Öncesi Tam Seramik Restorasyonlara Uygulanan Yüzey İşlemleri	20
2.6.1. Mekanik yüzey işlemleri	20
2.6.2. Kimyasal yüzey işlemleri.....	22
2.6.3. Mekanik-kimyasal yüzey işlemleri	25
2.7. Plazma	27
2.7.1. Plazmanın tanımı ve sınıflandırılması	27
2.7.2. Plazma üretimi	28
2.7.3. Plazma sistemleri	28
2.7.4. Plazma teknolojisinin biyomedikal ve tıp alanında kullanımı	31
2.7.5. Plazma teknolojisinin diş hekimliğinde kullanımı.....	31
2.8. Yüzey Karakterizasyon Yöntemleri	35
2.8.1. Temas açısı ölçümü.....	35
2.8.2. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü	35
2.8.3. Yüzeylerin kimyasal analizi	37
2.9. Bağlanma Dayanımı	38
2.9.1. Bağlanma dayanımı tespitinde kullanılan test yöntemleri.....	38
2.9.2. Kopma tiplerinin değerlendirilmesi.....	40
2.10. Termal Siklus	40
3. GEREÇ VE YÖNTEM	42
3.1. Zirkonyum Oksit Örneklerin Hazırlaması	44
3.2. Zirkonyum Oksit Örneklerin Sinterlenmesi	45
3.3. Ön Çalışma ile Uygun Soğuk Plazma Uygulama Süresinin Belirlenmesi	46
3.4. Zirkonyum Oksit Örneklerin Gruplara Ayrılması ve Yüzey İşlemlerinin Yapılması	47
3.4.1. Grup Z.....	48
3.4.2. Grup K	48
3.4.3. Grup Pr	48
3.4.4. Grup KPr	49
3.4.5. Grup ZP	49

3.4.6. Grup KP.....	50
3.4.7. Grup PrP.....	51
3.4.8. Grup KPrP.....	51
3.4.9. Grup PPr.....	51
3.4.10. Grup KPPr.....	51
3.5. Yüzey İşlemleri Sonrası Örneklerin Yüzey Pürüzlülüklerinin Ölçülmesi	52
3.6. Temas Açısı Ölçümlerinin Yapılması.....	53
3.7. Kompozit Örneklerin Hazırlanması.....	54
3.8. Simantasyon.....	54
3.9. Termal Siklus Uygulaması	56
3.10. Makaslama Bağlanma Dayanımının Ölçülmesi	57
3.11. Stereomikroskop İncelemesi ile Kopma Tiplerinin Belirlenmesi	58
3.12. XPS Analizi	59
3.13. İstatistiksel Analiz.....	60
4. BULGULAR	61
4.1. Yüzey Pürüzlülük Ölçüm Bulguları	61
4.2. Temas Açısı Ölçüm Bulguları.....	64
4.3. Makaslama Bağlanma Dayanımı Testi Bulguları	72
4.4. Kopma Tiplerinin Değerlendirilmesi	77
4.5. XPS Analizi Bulguları	79
5. TARTIŞMA	85
6. SONUÇLAR	109
7. ÖZET	111
SUMMARY	113
8. KAYNAKLAR.....	114
ÖZGEÇMİŞ.....	139

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

%	Yüzde
µm	Mikrometre
°C	Santigrat Derece
4-META	4-metakriloksietil trimellitik anhidrid
AFM	Atomic force microscope-Atomik kuvvet mikroskobu
Al₂O₃	Alüminyum oksit
Ar	Argon
Bis-EMA	Bisfenol A etoksilat dimetakrilat
Bis-GMA	Bisfenol A glisidil metakrilat
CAD/CAM	Computer Aided Design/ Computer Aided Manufacturing
cm²	Santimetrekare
DBD	Dielektrik bariyer deşarjı
dk	Dakika
EDA	Etilendiamin plazma
EDS	Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy-Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi (EDX, EDAX, EDXA)
Er: YAG	Erbiyum Yttrium Alüminyum Garnet
ESCA	Electron Spectroscopy for Chemical Analysis
eV	Elektron-volt
FRC	Fiber reinforced composite- Fiberle güçlendirilmiş kompozit rezin
FTIR	Fourier Transform Infrared Spectroscopy- Fourier dönüşüm kızılötesi spektroskopisi
H₂O	Dihidrojen monoksit, su
He	Helyum
HF	Hidroflorik asit
HIP	Hot isostatically pressed (Tam sinterlenmiş)
HIM	Heat induced maturation
HMDSO	Hekzametildisiloksan
Hz	Hertz
IR	Infrared-Kızılötesi

ISO	International Organization for Standardization
K	Kelvin
kg	Kilogram
kHz	Kilohertz
KSZ-PSZ	Kısmi Stabilize Zirkonya-Partially Stabilized Zirconia
Kv	Kilovolt
LED	Light emitting diode
MDP	10- Metakriloiloksid sil dihidrojen fosfat
MEPS	Tiyofosforik asit metakrilat
MgO	Magnezyum oksit
Mg-PSZ	Magnezyum ile kısmi stabilize edilmiş zirkonya polikristali
mj	Milijoule
mm	Milimetre
mm²	Milimetrekare
MPa	Megapaskal
MPS	Metakriloksipropiltrimetoksisilan
N	Newton
N	Azot
Nd: YAG	Neodymium yttrium alüminyum garnet
Ne	Neon
nm	Nanometre
Non-HIP	Non Hot Isostatically Pressed (Yarı sinterlenmiş)
O	Oksijen
OH⁻	Hidroksil
Pa	Paskal
Ra	Roughness average
SEM	Scanning Electron Microscope -Taramalı Elektron Mikroskobu
SIE	Selective Infiltration Etching
Si	Silisyum
Si₃N₄	Silisyum nitrit
SiO₂	Silisyum oksit (Silika)
sn	Saniye

TEGDMA	Trietilen glikol dimetakrilat
TEOS	Tetraetoksisilan
TZP	Tetragonal Zirkonya Polikristalleri
UDMA	Üretan dimetakrilat
XPS	X-Ray Photoelectron Spectroscopy/ X-ışını fotoelektron spektroskopisi
Y₂O₃	Yttrium oksit
Y-OH	Yttrium hidroksit
YSZ	Yttrium Stabilize Zirkonya
Y-TZP	Yttrium ile stabilize tetragonal zirkonya polikristali
Zr	Zirkonyum
ZrO₂	Zirkonya, Zirkonyum oksit, Zirkonyum dioksit
Zr-OH	Zirkonyum hidroksit
ZrSiO₄	Zirkon, Zirkonyum silikat
ZTA	Zirkonya ile sertleştirilmiş alümina (Zirconia toughened alümina)

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1 Zirkonyanın monoklinik, tetragonal ve kübik fazları	10
Şekil 2 Zirkonyanın monoklinik, tetragonal ve kübik fazlardaki kristal yapılarının şematik görünümü	10
Şekil 3 MDP monomerin kimyasal yapısı	24
Şekil 4 Plazmanın içerdiği kimyasal türler	27
Şekil 5 Doğru akım deşarjı	28
Şekil 6 Dielektrik bariyer deşarjı	31
Şekil 7 Gruplara ait yüzey pürüzlülüğü ortalamalarının grafiksel gösterimi	63
Şekil 8 Grupların temas açısı ortalamalarına ait grafiksel görünüm	66
Şekil 9 Termal siklus uygulanmayan ve uygulanan gruplarda makaslama bağlanma değerlerinin grafiksel gösterimi	76
Şekil 10 Z grubuna ait XPS analiz grafiği	81
Şekil 11 K grubuna ait XPS analiz grafiği	81
Şekil 12 Pr grubuna ait XPS analiz grafiği	81
Şekil 13 KPr grubuna ait XPS analiz grafiği	82
Şekil 14 ZP grubuna ait XPS analiz grafiği	82
Şekil 15 KP grubuna ait XPS analiz grafiği	83
Şekil 16 PrP grubuna ait XPS analiz grafiği	83
Şekil 17 KPrP grubuna ait XPS analiz grafiği	84
Şekil 18 PPr grubuna ait XPS analiz grafiği	84
Şekil 19 KPPr grubuna ait XPS analiz grafiği	85

RESİMLER DİZİNİ

Resim 1 Cerec inCoris ZI blok	44
Resim 2 Hassas kesme cihazı	45
Resim 3 Sinterleme öncesi zirkonyum oksit örnek	45
Resim 4 Sirona inCoris HTC speed sinterleme fırını	46
Resim 5 Sinterlenmiş zirkonyum oksit örnek.....	46
Resim 6 Oxyker Duet kuşlama cihazı.....	48
Resim 7 Clearfil ceramic primer plus.....	49
Resim 8 Soğuk plazma cihazı.....	50
Resim 9 Soğuk plazma uygulaması	50
Resim 10 Otopolimerizan akrilik rezin içerisine gömülmüş örnekler.....	52
Resim 11 Yüzey pürüzlülük ölçümlerinde kullanılan profilometre cihazı ve ölçüm işlemi.....	53
Resim 12 Temas açısı ölçüm cihazı.....	53
Resim 13 a) Kompozit materyali	
Resim 13 b) LED ışık cihazı	54
Resim 14 Panavia F 2.0 Light rezin siman	55
Resim 15 Oxyguard, oksijen bloke edici ajan	55
Resim 16 Simantasyon işlemi tamamlanmış örnek.....	55
Resim 17 Etüv cihazı.....	56
Resim 18 Termal siklus cihazı.....	56
Resim 19 Shimadzu universal test cihazı	57
Resim 20 Örneklerin tutucu düzeneklere sabitlenmesi ve makaslama kuvveti uygulanması	58
Resim 21 Kopma yüzeylerinin incelenmesinde kullanılan stereomikroskop.....	59
Resim 22 XPS cihazı ve örneklerin analiz için cihaza yerleştirilmesi	59

Resim 23 Z grubuna ait temas açısı görüntüsü.....	67
Resim 24 K grubuna ait temas açısı görüntüsü	68
Resim 25 Pr grubuna ait temas açısı görüntüsü.....	68
Resim 26 KPr grubuna ait temas açısı görüntüsü.....	69
Resim 27 ZP grubuna ait temas açısı görüntüsü.....	69
Resim 28 KP grubuna ait temas açısı görüntüsü	70
Resim 29 PrP grubuna ait temas açısı görüntüsü.....	70
Resim 30 KPrP grubuna ait temas açısı görüntüsü.....	71
Resim 31 PPr grubuna ait temas açısı görüntüsü.....	71
Resim 32 KPPr grubuna ait temas açısı görüntüsü.....	72
Resim 33 Tip I: Adeziv kopma.....	78
Resim 34 Tip III: Miks kopma	79

TABLolar DİZİNİ

Tablo 1 Çalışmada kullanılan materyaller.....	42
Tablo 2 Çalışmada kullanılan cihazlar	43
Tablo 3 Deney gruplarının isimleri, uygulanan yüzey işlemleri ve örnek sayıları	47
Tablo 4 Yüzey pürüzlülüğü bulgularına ait aritmetik ortalama, standart sapma, minimum ve maksimum değerler ve ortalamaların karşılaştırılması.....	61
Tablo 5 Yüzey pürüzlülük bulgularına ait tek yönlü varyans analizi tablosu	62
Tablo 6 Yüzey pürüzlülüğüne ait çoklu ikili karşılaştırmalarda Student-Newman-Keuls testi sonuçlarına ait p değerleri	62
Tablo 7 Temas açısı ölçüm bulgularına ait aritmetik ortalama, standart sapma, minimum ve maksimum değerler ve ortalamaların karşılaştırılması.....	64
Tablo 8 Temas açısı ölçüm bulgularına ait tek yönlü varyans analizi tablosu.....	65
Tablo 9 Temas açısı değerlerine ait çoklu ikili karşılaştırmalarda Student-Newman-Keuls testi sonuçlarına ait p değerleri	65
Tablo 10 Makaslama bağlanma dayanımı bulgularına ait aritmetik ortalama, standart sapma, minimum ve maksimum değerler ve ortalamaların karşılaştırılması.....	72
Tablo 11 Elde edilen makaslama bağlanma dayanımı ölçüm bulgularına ait iki yönlü varyans analizi tablosu	73
Tablo 12 Her bir grup bazında termal siklus etkisinin istatistiksel olarak değerlendirilmesi.....	73
Tablo 13 Termal siklus uygulanmayan grupların bağlanma dayanımı değerlerine ait çoklu ikili karşılaştırmalarda Student-Newman-Keuls testi sonuçlarına ait p değerleri	74
Tablo 14 Termal siklus uygulanan grupların bağlanma dayanımı değerlerine ait çoklu ikili karşılaştırmalarda Student-Newman-Keuls testi sonuçlarına ait p değerleri.....	74
Tablo 15 Stereomikroskop incelemesi sonucu belirlenen kopma tipleri.....	77
Tablo 16 XPS analizi sonucu elde edilen atomik yüzde oranları	79

1. GİRİŞ

Günümüzde bilgisayar destekli dizayn ve üretim (CAD/CAM) teknolojilerinin de gelişmesiyle birlikte, yoğun polikristalin bir seramik olan zirkonyanın protetik restorasyonlarda alt yapı materyali olarak kullanımı yaygınlaşmıştır. Diğer tam seramik sistemlere göre zirkonyanın, yüksek mekanik performans, dayanıklılık, gerilim direnci, kimyasal ve boyutsal stabilite gibi avantajları bu materyalin güvenilirliğini artırmış, kullanım alanlarını genişletmiş ve posterior bölgede de rahatlıkla kullanımına olanak sağlamıştır.^{2, 3}

Protetik restorasyonların uzun dönem klinik başarısında simantasyon prosedürlerinin rolü büyüktür. Rezinin diş yapılarına olan bağlantısındaki gelişmelerle birlikte, adeziv sistemlerin seramik restorasyonların simantasyonunda kullanımı artmıştır. Zirkonya esaslı seramik restorasyonların rezin simantasyonunda başarıyı artırmak için restorasyonun iç yüzeyinde yapılan yüzey hazırlık işlemleri önem taşımaktadır. Al₂O₃ tanecikleriyle kumlama, tribokimyasal silika kaplama, hidroflik asit uygulaması, primer ve/veya silan bağlayıcı ajanların kullanımı, lazer uygulaması gibi yöntemler; literatürde zirkonya rezin siman bağlantısını artırmaya yönelik uygulanan yöntemlerden bazılarıdır;⁴ ancak rezin simanla zirkonya arasında güvenilir bir bağlantı elde etme konusundaki problemler devam etmektedir.⁵ Bu zayıf mekanokimyasal bağlanma, prognoz üzerinde olumsuz etkilere yol açmakta ve zirkonyanın adeziv dizaynı kullanımını kısıtlamaktadır.⁵

Son yıllarda soğuk plazma uygulaması ile ilgili yapılan çalışmalarda, bu uygulamanın yüzey özelliklerini değiştirdiğine dair sonuçlar ortaya konmuştur.⁶ Rutinde kullanılan kimyasal yöntemlere kıyasla, daha temiz, hızlı ve etkin bir yöntem olan plazma uygulamaları bu amaçla tercih edilebilmektedir. Özellikle yüzey enerjisi ve hidrofilitesini artırdığı bilinen, yüzeyi kimyasal olarak aktive ederken, aynı zamanda fiziksel etkiler de oluşturabilen plazma uygulamasının, materyal yüzeyinin adeziv karakterini değiştirebileceği ve bu sayede rezin siman bağlantısını güçlendirebileceği öngörülmektedir.^{7, 8} Ancak, zirkonya rezin siman bağlantısını arttırmaya yönelik olarak soğuk plazma uygulaması ile ilgili literatürde çok az sayıda çalışmaya rastlanmıştır.

Bu çalışmanın amacı, atmosferik soğuk plazma uygulamasının, dental zirkonya seramik materyalinin yüzey özellikleri ve rezin siman ile bağlanma dayanımı üzerine etkisini değerlendirmektir. Çalışmadan elde edilen sonuçların, soğuk plazma uygulamasının zirkonya rezin siman bağlantısını iyileştirmeye yönelik olarak alternatif bir yüzey işlemi olup olamayacağı hakkında dental literatüre katkı sağlayacağı düşünülmektedir.

Çalışmanın sıfır hipotezleri şunlardır:

1- Zirkonyum oksit içerikli seramiklere yüzey işlemi olarak uygulanan kumlama, seramik primer, soğuk plazma yöntemleri ve bu yöntemlerin kombine kullanımı, pürüzlülük ölçüm değerlerini etkilemez.

2- Zirkonyum oksit içerikli seramiklere yüzey işlemi olarak uygulanan kumlama, seramik primer, soğuk plazma yöntemleri ve bu yöntemlerin kombine kullanımı, temas açısı ölçüm değerlerini etkilemez.

3- Zirkonyum oksit içerikli seramiklere yüzey işlemi olarak uygulanan kumlama, seramik primer, soğuk plazma yöntemleri ve bu yöntemlerin kombine kullanımı, rezin simanla bağlanma dayanımını etkilemez.

4- Zirkonyum oksit içerikli seramiklere yüzey işlemi olarak uygulanan kumlama, seramik primer, soğuk plazma yöntemleri ve bu yöntemlerin kombine kullanımını takiben termal siklus uygulaması, rezin simanla bağlanma dayanımını etkilemez.

2. GENEL BİLGİLER

2.1. Dental Seramikler

2.1.1. Dental seramiklerin tanımı ve tarihsel gelişimi

Yunanca kökenli bir kelime olan “keramos” kelimesi bugünkü seramik kelimesinin kökenini oluşturur.⁹ Seramik, yapısı değiştirilerek oluşturulan ilk inorganik cam fazlı materyaldir.¹⁰ Kimyasal yapı olarak seramik, bir veya daha çok sayıda metal elementin, oksijen gibi ametal elementlerle yaptığı inorganik bir bileşimdir.¹¹

Seramik kullanımı taş devrine kadar uzanmaktadır.¹² Tarihte kullanılan ilk seramiklerin bugünküne kıyasla yapı olarak daha poröz ve bu nedenle daha dayanıksız, ayrıca renk olarak daha opak olduğu tespit edilmiştir. İlerleyen zamanlarda seramikler daha yoğun hale getirilerek sağlık alanında da kullanılmaları sağlanmıştır.^{13, 14}

“Porselen” ise birbirleri içinde çözünmeyen elementlerin düşük ısıda eriyerek şekil aldığı seramik materyali olarak tanımlanır.¹¹ İtalyanca “porcella” kelimesinden köken alır. Bu kelimenin anlamı, istiridye kabuğunun iç kısımlarını kaplayan sedefin parlayan kıvrımları olarak bilinir.¹⁵ Dental literatürde ise porselen; cam matris yapı içerisine yayılmış kristalize yapıdaki partikülleri içeren yapılar şeklinde tanımlanır ve bu yapıların dayanıklılıkları oldukça yüksektir.¹³

Porselen, 18. yüzyıl' da diş hekimliği alanında kullanılmaya başlamıştır. Diş hekimliğinin babası kabul edilen Pierre Fauchard, 1728 yılında yazdığı “Le Chirurgien Dentiste, ou Traité des Dents” isimli kitabında, porselenin diş hekimliğinde kullanılabilir bir materyal olduğunu bildirerek, mine ve dişeti rengini taklit edebileceğini söylemiştir.¹⁶

İlk porselen yapay dişler, 1774 yılında Fransız eczacı Alexis Duchateau ve Fransız diş hekimi Nicholas Dubois de Chemant'ın birlikte çalışması ile üretilmiştir.¹⁷ 1808 yılında İtalyan diş hekimi Giuseppangelo Fonzi, içinde platin pinlerin gömülü olduğu ilk porselen takım dişleri üretmiştir.^{10, 18} 1886 yılında Matterson, altın yaprak üzerine porselen pişirerek estetik kron yapımında bir ilk olmuştur. Land, 1903 yılında, platin folyo matriks üzerine yüksek ısı porselenlerinin fırınlanmasıyla elde edilen ve

“jaket kuron” olarak adlandırılan tam seramik restorasyonları üretmiştir. Bu restorasyonların estetik avantajları yanında düşük bükülme dayanımları, bir dezavantaj olarak kırık oluşumuna sebep olmuştur.^{10, 18, 19}

Porselenin yapısını güçlendirmeye yönelik çalışmalar 1950’li yıllarda da devam ederek, lösit ilavesi ile ısısız genişleme katsayısı, altın ilavesi ile de metallere bağlanma kuvveti artırılmıştır.¹⁴ İlk defa 1962 yılında, Weinstein ve ark.¹⁹ porseleni altın alaşımlar üzerinde kullanmış ve yapısına potasyum oksit içerikli seramik tozu ilave ederek metal destekli seramik restorasyonların üretimini sağlamışlardır.

1965 yılında McLean ve Hughes, porselenleri geliştirerek, günümüzdeki tam seramiklerin temelini oluşturmuşlardır. Bu sistemde, altyapı olarak % 40-50 oranında alümina partikülleri ile güçlendirilmiş yüksek dayanımlı bir seramik kullanılmıştır. Cam yapı içerisindeki bu partiküller, elastik modülünü artırarak çatlakların ilerlemesini durdurmakta ve yapının %50 oranında güçlenmesini sağlamakta etkili olmuş; böylece kırılma dayanımında artış sağlanmıştır.¹⁹⁻²¹

Platin folyo tekniğinin uygulanması ile dayanıklılık % 20 oranda artmış; ancak translusensliğinin yetersiz olması ve tebeşirimsi görünüm nedeniyle, istenilen düzeyde estetik sağlanamamış ve porselen veneerleme işlemine gereksinim duyulmuştur.^{18, 19, 21} 1972 yılında Southan ve Jorgensen refraktör day tekniğini geliştirmiş ve böylece, restorasyonun fırınlanabilmesi için gereken platin yaprak kullanımını ortadan kaldırmışlardır.^{19, 21}

1984 yılında Adair ve Grossman, dökülebilir bir cam seramik olan Dicor’u (Dentsply Int. York, PA) geliştirmiştir ve bu sistem, camın kontrollü kristalizasyonu ile meydana gelmektedir.^{18, 19, 21}

1980’ li yılların sonlarında alümina içerikli güçlendirilmiş tam seramiklerin gelişimi başlamıştır. Bruggers, yaklaşık % 70 alümina içeren Hi-Ceram (Zahnfabrik, Bad Säckingen, Almanya), Sadoun ise % 90 alümina içeren ve cam infiltrasyonlu alümina tekniği olan In-Ceram (Zahnfabrik, Bad Säckingen, Almanya) sistemlerini geliştirmiş ve bu sistemler piyasada yerlerini almışlardır.^{19, 22, 23}

1990 yılında Wohlwend ve Scharer, % 34 oranda lösit içeriğine sahip ve basınç altında preslenerek üretilen, ilk preslenebilir seramik olan IPS Empress (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) sistemini bulmuşlardır. Bu sistemde, lösit kristalleri

yüksek sıcaklıktaki presleme işlemi sırasında bariyerler oluşturarak, mikroçatlak oluşumunu önlemektedir.^{17, 18, 24}

1998 yılında ise, % 70 oranındaki lityum disilikat ve lityum orto fosfat içeren IPS Empress 2 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) sistemi piyasaya sürülmüştür. Bu sistemin içeriğindeki bu farklılık, ilk sisteme göre yaklaşık 3 kat daha dayanıklı olmasını sağlamıştır. IPS Empress sistemi yalnızca tek üyeli restorasyonlarda kullanıma olanak verirken, IPS Empress 2 sisteminin üç üyeli sabit restorasyonlar ve arka bölgede ikinci premolar dişe kadar kullanılabileceği bildirilmektedir.^{18, 20, 24}

İlerleyen zamanlarda farklı üreticiler kuru preslenmiş, millenmiş ve sinterlenmiş alümina kor seramik (Procera AllCeram, Nobel Biocare, Göteborg, İsveç), cam filtre edilmiş alümina kor seramik (In-Ceram, Zahnfabrik, Bad Säckingen, Almanya), cam filtre edilmiş zirkonya-alümina kor seramik (In-Ceram Zirconia, Zahnfabrik, Bad Säckingen, Almanya), kısmen veya bütünüyle sinterize edilmiş zirkonya kor seramik (Lava, 3M ESPE, St.Paul, Minn) ve ön sinterleme işlemi uygulanmış zirkonya seramik (Cercon, Dentsply Int. York, PA) sistemleri gibi tam seramik sistemlerini geliştirmişlerdir.^{20, 25}

2.2. Tam Seramikler

İlk olarak metal destekli restorasyonlara estetik bir alternatif arayışı ile üretilen tam seramik sistemler, üretildikleri günden bu yana hızla geliştirilmiş ve kullanımları yaygınlaşmıştır. Biyouyumluluk, estetik, homojen yapı, dişeti uyumu, renk ve boyut stabilitesi, doğal diş yapısına yakın ısıl genleşme katsayısı, sıkıştırma kuvvetlerine karşı dayanıklılık gibi avantajları ile de kullanımları artarak devam etmektedir.²⁶

2.2.1. Tam seramiklerin sınıflandırılması

Tam seramik sistemler için literatürde birçok farklı sınıflandırma mevcuttur.^{18, 20, 27} Yeni materyal ve üretim tekniklerinin eklenmesi sonucu sınıflandırma değişiklik gösterebilmektedir.

Tam seramikler, içerik²⁸ ve yapım tekniklerine²⁹ göre sınıflandırılmaktadır.

Tam seramiklerin içeriklerine göre sınıflandırılması

A. Cam - Matriks Seramikler

1. Feldspatik Seramikler

- IPS Classic (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)
- Vitadur (Vita, Bad Sackingen, Almanya)
- Vita VMK 68 (Vita, Bad Sackingen, Almanya)
- Vitablocs Mark I (Vita, Bad Sackingen, Almanya)
- Vitablocs Mark II (Vita, Bad Sackingen, Almanya)
- Vitablocs Triluxe (Vita, Bad Sackingen, Almanya)
- Cerec Bloc (Sirona Dental Systems, Almanya)

2. Sentetik Seramikler

- Lösit içerikli seramikler
 - IPS d.Sign (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)
 - IPS Empress (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)
 - IPS Empress CAD (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)
 - IPS ProCAD (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)
 - Vita VM7, VM9, VM13 (Vita, Bad Sackingen, Almanya)
 - Noritake EX-3 (Noritake Dental Supply Co., Japonya)
 - Noritake Cerabien (Noritake Dental Supply Co., Japonya)
- Lityum disilikat ve türevleri içerikli seramikler
 - IPS Empress II (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)
 - IPS e-maxCAD (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)
 - IPS e-maxPress (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)
 - Vita Supranity (Vita, Bad Sackingen, Almanya)
 - Celtra Duo (Dentsply DeTrey, Konstanz, Almanya)
- Florapatit içerikli seramikler
 - IPS e-max Ceram (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)
 - IPS e-max ZirPress (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)

3. Cam İnfiltratif Seramikler

- Alümina içerikli seramikler

- In-Ceram Alümina (Vita, Bad Sackingen, Almanya)
- Alümina ve magnezyum içerikli seramikler
- In-Ceram Spinell (Vita, Bad Sackingen, Almanya)
- Alümina ve zirkonya içerikli seramikler
- In-Ceram Zirconia (Vita, Bad Sackingen, Almanya)

B. Polikristalin Seramikler

1. Alümina

- Procera AllCeram (Nobel Biocare, Göteborg, İsveç)
- In-Ceram AL (Vita, Bad Sackingen, Almanya)

2. Stabilize edilmiş zirkonya

- In-Ceram YZ (Vita, Bad Sackingen, Almanya)
- KATANA Zirconia ML (Kuraray Noritake Inc., Japonya)
- NobelProcera Zirconia (Nobel Biocare, Göteborg, İsveç)
- Lava (3M ESPE, Seefeld, Almanya)
- Lava Plus (3M ESPE, Seefeld, Almanya)
- inCoris TZI (Sirona Dental Systems, Almanya)
- inCoris TZI C (Sirona Dental Systems, Almanya)
- Zenostar (Ivoclar Vivadent, Wieland)

3. Zirkonya ilave edilmiş alümina

- NANOZR (Panasonic Electric Works, Japonya)

4. Alümina ilave edilmiş zirkonya

C. Rezin – Matriks Seramikler

1. Rezin nanoseramik

- Lava Ultimate (3M ESPE, Seefeld, Almanya)

2. Rezin matriks içerisinde cam seramik

- Enamic (Vita, Bad Sackingen, Almanya)

3. Rezin matriks içerisinde zirkonya – silika

- Paradigm MZ 100 Blocks (3M ESPE, Seefeld, Almanya)

Tam Seramiklerin Yapım Tekniklerine Göre Sınıflandırılması

A. Dökülebilir Tam Seramikler

1. Dicor (Dentsply Int. York, Amerika)
2. Cerapearl (Kyocera, Amerika)

B. Preslenebilir Tam Seramikler

1. Authentic System (Ceramay, Almanya)
2. Carrara Pres-Full Ceramic System (Elephant, Hollanda)
3. Cercogold: Golden Gate Pressable Ceramic (Degussa, Almanya)
4. Finesse All-ceramic System (Ceramco/Dentsply, Amerika)
5. KOOS-metic (KOOS EDELMETALLE, Almanya)
6. OPTEC (Jeneric/Pentron)
7. PLATINA Press System Ceramic (Heimerle, Almanya)
8. StylePress (Metalor, İsviçre)
9. IPS Empress II (Ivoclar, Schaan, Liechtenstein)
10. Finesse ALL Ceramic (Dentsply/Ceramco York, Amerika)
11. Imax Press (Ivoclar, Schaan, Liechtenstein)
12. Creation Press-ceramics (Creation Willi Geller, Avusturya)

C. Copy-Milling (Pantograf) Tekniği ile Hazırlanan Tam Seramikler

1. Celay Plus (Mikrona AG, İsviçre)

D. Refraktör Day Tekniği ile Hazırlanan Tam Seramikler

1. Cerestore (Johnson and Johnson Dental Care Co., Amerika)
2. Hi-Ceram (Vita-Zahnfabrik, Almanya)
3. In-Ceram (Vita-Zahnfabrik, Almanya)
4. Vitadur (Vita-Zahnfabrik, Almanya)
5. Mirage (Chamelon Dental, Amerika)
6. Optec (Jeneric, Pentron Inc., Amerika)

E. CAD/CAM Sistemi ile Hazırlanan Tam Seramikler

1. ALKOM (CAD/CAM Technologie, Lüksemburg)
2. BellaDent (BellaDent, Almanya)
3. CADIM (Advance Comp., Japonya)
4. CERADENT (Universiteit, Almanya)

5. Cercon Smart Ceramics (Degussa Dental, Almanya)
6. CEREC 3D (Sirona Dental Systems, Almanya)
7. Cicero (Elephant/Degussa, Hollanda)
8. DCM (ETH Institute, İsviçre)
9. DCS (DCS Dental, Almanya)
10. DECIM (DECIM AB, Ivoclar, Lichtenstein)
11. Decsy (Olympus, Nissan, Shizuoka, Japonya)
12. DentiCAD (Bego, Almanya)
13. Digident (Girrbach, Almanya)
14. Duret System (Hennson, Sopha Bioconcept, Fransa)
15. GNI (GC, Nikon, Hitachi, Japonya)
16. Inlac (Ritter, Almanya)
17. LAVA-System (3M ESPE, Almanya)
18. LICORA-CAD/CAM Allceram (Girrbach GmbH, Almanya)
19. Procera (Procera/Nobel Biocare, İsveç)

2.3. Dış Hekimliğinde Zirkonya

2.3.1. Zirkonyum ve özellikleri

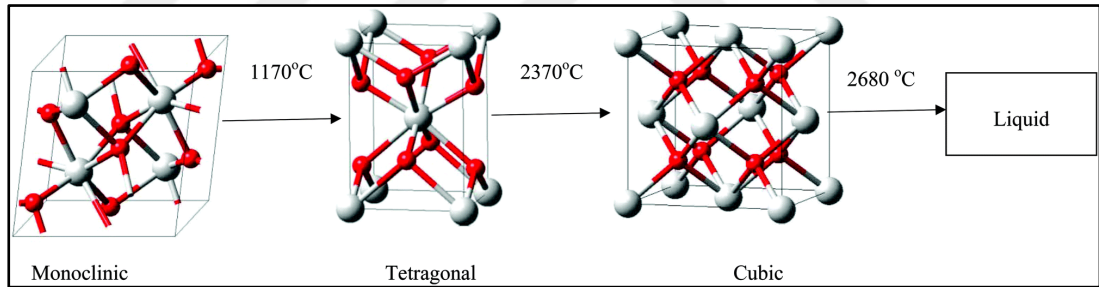
İlk kez 1789 senesinde, Alman kimyager Martin Heinrich Klaproth tarafından Sri Lanka'da bulunan zirkonyumun izolasyonu, 1824 yılında İsveçli kimyager Jöns Jacob Berzelius tarafından gerçekleştirilmiştir.³⁰ Periodik tabloda metaller grubunda bulunan; sembolü Zr, atom numarası 40, atomik kütlesi 91.22, değerleri +2, +3 ve +4 olan elementtir.³¹ Oda sıcaklığında gümüş-beyaz renkli olup doğada serbest metal olarak değil, bileşikler halinde bulunur. Bilinen bileşikleri zirkonyum silikat (zirkon, $ZrSiO_4$) ve zirkonyum oksit (zirkonya, zirkonyum dioksit, baddeleyit, ZrO_2) tir. Reaktif bir metal olduğundan, hava ya da sıvı ile teması durumunda yüzeyinde oluşan oksit tabakası korozyona dirençli olmasını sağlar.^{30, 31}

Zirkonyum dioksit (Zirkonya) ilk kez 1892 yılında Joseph Baddeley tarafından keşfedilmiş, 1969 yılında Helmer ve Driskell³² tarafından zirkonyanın biyomedikal sektörde kullanımı ile ilgili ilk çalışmalar yapılmış, kalça protezlerinde kullanımı ise ilk kez Christel ve ark.³³ tarafından gerçekleştirilmiştir.

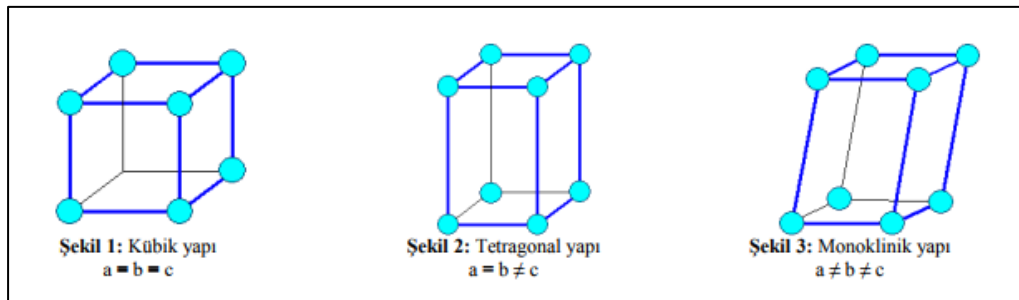
Diş hekimliğinde zirkonya 1990'ların başında kullanılmaya başlamıştır. Dayanıklılık, biyouyumluluk ve korozyona karşı direnç özelliklerinden dolayı diş hekimliğinde birçok alanda kullanılmaktadır. Endodontik postlar, inley-onleyler, implant üst yapıları, tam seramik restorasyonlarda altyapı veya final restorasyon, implant ve implant dayanakları, kron dışı tutucular, kesim ve cerrahi frezler, ortodontik braketler gibi çeşitli malzemelerin üretiminde kullanılmaktadır.^{2, 3, 34}

2.3.2. Zirkonyanın kristal yapısı

Zirkonya, çok küçük taneciklerden (<0,5-0,6) oluşur. Allotropik özellik gösteren, yani sıcaklık değişimleri ile kristal yapısı değişen, hekzagonal bir bileşiktir. Saf zirkonyanın üç ayrı kristal fazı bulunmaktadır. Bunlar; monoklinik faz, tetragonal faz ve kübik fazdır. Monoklinik faz, oda sıcaklığındaki tabii formudur ve bu faz 1170°C'ye kadar kararlıdır. Bu dereceden sonraki değerlerde tetragonal faza dönüşür ve bu faz da 2370°C'ye kadar kararlıdır. 2370°C'de kübik faza geçerek ergime sıcaklığı olan 2680°C'ye kadar bu fazda kalır (Şekil 1 ve 2).^{3, 35}



Şekil 1 Zirkonyanın monoklinik, tetragonal ve kübik fazları³⁵



Şekil 2 Zirkonyanın monoklinik, tetragonal ve kübik fazlardaki kristal yapılarının şematik görünümü³⁶

2.3.3. Zirkonyanın faz dönüşümleri

Zirkonyum dioksit, üç fazlı polimorfik yapısı nedeniyle çeşitli etkenler karşısında faz dönüşümüne uğramaktadır.^{37, 38} Monoklinik fazdan tetragonal faza dönüşüm 1170°C’de meydana gelir ve hacimde yaklaşık %5’lik bir azalma görülür. Fırınlamadan hemen sonra tetragonal fazda olan zirkonya, soğuma sırasında 1070°C-100°C arasındaki bir sıcaklık değerinde tekrar monoklinik faza geçer ve hacminde %3-5’lik bir artış gerçekleşir. Böylece seramiğin yapısında iç gerilmeler ve çatlaklar oluşur. Bu sıkıştırıcı kuvvetler zirkonyanın direncini artırsa da, tetragonal-monoklinik faz dönüşümü kontrol altına alınmazsa, bu aşamada görülen hacim artışı kırıkların oluşumuyla sonuçlanabilir. Bu nedenle, oda sıcaklığında tetragonal fazda tutulmak istenen zirkonyum dioksitin yapısına çeşitli metal oksitler (kalsiyum, magnezyum, alüminyum, seryum veya yttrium gibi) ilave edilir ve “Kısmi Stabilize Zirkonya (KSZ)–Partially Stabilized Zirconia (PSZ)” olarak adlandırılan multi faz materyalin oluşması sağlanır. Bu materyalin yapısında kübik fazdaki zirkonya içerisinde yer yer tetragonal ve monoklinik kafesler çökertilir.^{39, 40}

Yapılan çalışmalar sonucu, ağırlığının % 3-6’sı kadar yttrium oksit (Y_2O_3) içeren zirkonyanın oda sıcaklığında sadece tetragonal fazda kalmasının sağlandığı bulunmuş³⁷ ve bunlara ‘Tetragonal Zirkonya Polikristalleri (TZP)’ denmiştir.⁴⁰ Zirkonya seramiklerin özelliklerini en belirgin etkileyen değişken yttrium bileşenidir. Tanecik boyutları 0,4 µm olan yttriumun zirkonyum dioksite %3,5-6 oranında eklenmesi ile, diğer değişkenlerin ilavesiyle elde edilenden daha yüksek mekanik özellikler taşıyan “Yttrium ile stabilize tetragonal zirkonya polikristali (Y-TZP)” elde edilir.^{41, 42}

2.3.4. Zirkonyanın sertleştirme (transformasyon) mekanizması

Zirkonyaya dışardan aşındırma, soğutma gibi mekanik kuvvetlerin uygulanması sonucu grenlerinin enerjisi absorbe edip kristallerin tetragonalden monoklinik faza dönüştüğü bir çatlak iyileştirme prosedürüdür.⁴³ Bu dönüşüm, “martensitik transformasyon” olarak da bilinmektedir.⁴⁴

Bu süreçte, tetragonal taneciklerin bir kısmı monoklinik taneciklere dönüşürken, hacimce daha büyük olan monoklinik taneciklerin artması ile ortaya çıkan hacim artışı, oluşan çatlak uçlarında bölgesel baskı gerilmelerine neden olur. Bu da,

materyal içinde oluşan mikroçatlakların ilerlemesini engeller. “Dönüşüm toklaşması – faz değişimi sertleşmesi – transformation toughening” tanımları bu mekanizmaya verilen adlardır ve bu mekanizma yüksek kırılma tokluğu ve bükülme dayanımına sahip Y- TZP’nin temeli kabul edilir.^{36, 37}

2.3.5. Zirkonyanın yaşlanması (düşük ısı bozunması-low temperature degradation)

İlk kez Kobayashi tarafından tanımlanan bu tetragonal-monoklinik faz değişiminin ortaya çıkması için materyalin 200-300°C’ lik kritik bir ısı değerine maruz kalması gerektiği belirtilmiştir.⁴⁵ Polikristalin zirkonyanın yüzeyinde başlayan ve sonra materyalin içine ilerleyen bu mekanizmada, bir kristalin dönüşümü kristallerin etrafında stres oluşumuna ve mikroçatlaklara neden olarak hacim artışına neden olmaktadır. Ortamda aynı anda nemin olması ise faz dönüşüm miktarını artıracaktır.⁴⁶ Su emilimi, önce yüzey bozunumuna, arkasından da faz dönüşümüne yol açmaktadır. Monoklinik faza geçişte gözlenen kristal boyutlarındaki hacim artışının, yüzeydeki suyun emilimi sonrasında zirkonyum hidroksit (Zr-OH) veya yttrium hidroksit (Y-OH) oluşumundan kaynaklandığı gösterilmiştir.⁴⁷ Faz dönüşümü, ilk önce yüzeydeki grenlerden başlar, komşu grenlerin hacmini artırarak ve suyun daha derin bölgelere ilerlemesine yol açarak mikroçatlakların ilerlemesini artırır.⁴⁸ Oluşan mikro çatlaklar yüzey pürüzlülüğünde de artışa neden olmakta ve uzun dönemde materyalin başarısını olumsuz etkilemektedir. Zirkonyanın tetragonal fazdaki stabilitesini bozabilecek her türlü etken düşük ısı bozunmasını başlatmaktadır.⁴⁹

2.3.6. Zirkonyanın diş hekimliğinde kullanımı

Zirkonyanın diş hekimliğinde kullanılan üç tipi vardır. Bunlar: zirkonya ile sertleştirilmiş alümina seramikler (Zirconia toughened alümina, ZTA), magnezyum ile kısmi stabilize edilmiş zirkonya polikristali (Mg-PSZ) ve yttrium ile stabilize edilmiş tetragonal zirkonya polikristali (Y-TZP)’dir.³⁹

Zirkonya ile sertleştirilmiş alümina seramikler (ZTA)

Diş hekimliğinde kullanılan diğer zirkonya tiplerinden farkı, tetragonal fazı oda sıcaklığında stabilize etmek için farklı bir yöntemin uygulanmasıdır. Bu tip seramiklerde tetragonal fazın stabilizasyonu, diğer zirkonya tiplerinde olduğu gibi iyon ilavesi ile⁴⁰ değil, tanecik büyüklüğü, şekli ve lokasyonu (intra veya

intergranüler) ile sağlanmaktadır.⁵⁰ In- Ceram zirkonya bu materyale örnek gösterilebilir.

Magnezyum ile kısmi stabilize edilmiş zirkonya polikristali (Mg-PSZ)

Bileşiminde %8-10 mol magnezyum oksit (MgO) içermektedir. Bu materyal, poröziteli yapısı ve büyük tanecik boyutu (30-60 µm) nedeniyle aşınmaya yol açtığından dental uygulamalarda kullanımı başarılı olamamıştır.⁴⁰

Yttrium ile stabilize edilmiş tetragonal zirkonya polikristali (Y-TZP)

Diş hekimliği alanında, stabilize edilmiş zirkonya seramik tipleri arasında en fazla kullanılandır. Saf zirkonyaya ağırlığının % 2-3'ü oranında yttrium oksit (Y₂O₃) ilavesi ile elde edilmektedir.⁵¹ Yapılan çalışmalarda, 9-10 MPa/m^{1/2} kırılma direnci ve 900-1200 MPa bükülme dayanımı gibi yüksek mekanik özelliklere sahip olduğu gösterilmiştir.⁵² Bu değerler, alüminanın 2, cam seramiklerin 5 ile 10,⁴³ feldspatik porselenlerin ise 6 katı⁵³ daha sert ve dayanıklı olduklarını yansıtmaktadır. Bu durum, çiğneme kuvvetlerinin fazla olduğu posterior bölgede çok üyeli köprü restorasyonlarının bu materyal ile yapımına olanak sağlamaktadır.⁵³

Y-TZP'nin Avantajları:^{54, 55}

1. Üstün mekanik özellikler
2. Biyouyumluluk
3. Titanyumla kıyaslandığında bakteri birikiminin az olması
4. Radyolojik değerlendirmeye izin verme
5. Hem adeziv, hem de geleneksel olarak simante edilebilme
6. Düşük ısı iletkenliği sayesinde, pulpal dokulara daha az zarar verme

Y-TZP'nin Dezavantajları:^{54, 55}

1. Opak görüntü
2. Materyalin mekanik özelliklerinin, uygulanan yüzey işlemlerinden olumsuz etkilenmesi
3. Dirençli bir restorasyon elde edebilmek için daha fazla preparasyon gerektirmesi

2.3.7. Dental zirkonya blokların sınıflandırılması

Zirkonya restorasyonların üretimi, hazır zirkonya bloklardan freze edilerek gerçekleştirilmektedir. Bu blokların en önemli avantajı, homojen bir yapıya ve buna

bağlı olarak da daha üstün mekanik özelliklere sahip olmalarıdır. Diş hekimliğinde kullanılan zirkonya blokların kimyasal içerikleri aynı olmakla beraber, bükülme dirençleri 900 MPa ile 1200 MPa aralığında değişmektedir ki bu farklılık, bloğun elde edilme yönteminden kaynaklanmaktadır. Zirkonya bloklar üç farklı yöntemle hazırlanabilmektedir. Bu yöntemler, materyalin gren boyutu, porözite miktarı ve mikro çatlak dağılımı üzerine etki ederek, mekanik özelliklerini değiştirebilmektedir.

Dry-pressed zirkonya seramikler (green)

Materyalin üretimi sırasında sinterleme işlemi yapılmadan, sadece Y-TZP tozunun basınç altında sıkıştırılmasıyla elde edilen bloklardır. Bu şekilde elde edilen zirkonya bloklar, yumuşak ve tebeşirimsi yapıdadır. Bu nedenle, aşındırma işlemleri kuru ortamda, elmas ve tungsten frezler kullanılarak hızlı ve kolayca yapılabilir. Daha sonra sinterleme işleminin uygulanması ile restorasyon, daha yoğun ve dirençli bir hale gelmektedir. Sinterleme işlemi sonrasında oluşacak %20-30'luk büzülmenin kompanse edilmesi için restorasyonlar esas boyutundan daha büyük işlenmelidir.^{2, 36}

Yarı sinterlenmiş zirkonya seramikler (cold-isostatically pressed Y-TZP, presintered, non-HIP zirkonya)

Zirkonya tozu ilk olarak ısı uygulamadan basınçla sıkıştırılır ve daha sonra 1350-1550°C'da 2-5 saat süreyle ön sinterleme işlemi gerçekleştirilir. Ön sinterleme sırasında uygulanan ısıtma hızı ve ısıtma derecesi materyalin özelliklerini etkilediğinden, bu aşama üretici firma tarafından kontrol altında tutulmalıdır. Bu işlem sırasındaki değişiklikler, bloğun sertlik, aşındırılabilirlik ve yüzey pürüzlülük özelliklerini etkilemektedir. Yüksek ısı değerleri, daha pürüzlü yüzeylere yol açar.^{2, 36}

Non-HIP bloklar %40 yoğunlukta ve sinterleme tam olarak yapılmadığı için, oldukça poröz yapıdadır. Bu nedenle, mekanik özellikleri yetersizdir. Sinterleme sırasında yaklaşık %25 büzülme meydana geleceği için, restorasyon esas boyutundan büyük hazırlanmalıdır.^{2, 36, 56}

Tam sinterlenmiş zirkonya seramikler (hot-isostatically pressed Y-TZP, HIP zirkonya)

Isı ve izostatik basınç altında presleme ile üretilen bloklardır. İlk olarak 1500 °C'da sinterleme işlemi yapılır ve materyal %95 yoğunluğa ulaşır. Daha sonra, genellikle argon (Ar) gazı kullanılarak oluşturulan izostatik bir ortamda, 1000 bar

basınçta, 1400 °C - 1500°C arasına kadar ısıtılır ve partikül yoğunluğu artırılır. Bu işlem sonucunda, gri- siyah bir renk alan materyal oksitlenerek beyaz renge sahip olana kadar, atmosfer basıncı altında sinterleme işlemi sürdürülür ve işlem sonunda HIP blokların yoğunluğu %99'a yükselir.^{2, 57}

Sinterleme işlemi, HIP blokların aşındırılmasından önce gerçekleştirildiği için büzülme de bu aşamada olur ve bu da restorasyonun gerçek boyutlarında hazırlanmasını gerektirir. Aşındırma işlemleri sert bir yapı üzerinde yapıldığından, green faz, presinterize ve sinterlenmiş zirkonya bloklar kıyaslandığında, sinterlenen HIP blokları kazımak daha zaman alıcı ve maliyetlidir.³⁶

Aşındırma işleminde kullanılan frezler zirkonyanın yapısını etkilemektedir. Fazla aşındırıcı etkiye sahip frezler kullanıldığında, aşındırma süresi kısalmış; ancak materyalin yüzey pürüzlülüğü artar. Yapılan tüm aşındırmalar, HIP blokların yüzey tabakalarında tetragonal-monoklinik faz değişimine yol açmaktadır. Ortaya çıkan streslerin, HIP blokların mekanik özelliklerine etkisi tartışmalıdır. Yarı sinterlenmiş bloklarda aşındırma işlemleri sonucunda ise hem daha tutarlı bir yapı elde edilir, hem de sinterleme sonrası seramik yüzeyine dokunulmamış olur.⁵⁸⁻⁶⁰

2.4. Tam Seramiklerin Simantasyonu ve Adezyon

Adezyon, birbirinden farklı iki yüzeyin yapışması ya da farklı iki yüzeyin fiziksel, kimyasal veya her iki çekim kuvveti ile bir araya gelmesi olarak tanımlanır. Bağlanan yüzeye adherent, adezyonu oluşturan ve genellikle likit yapıdaki maddeye ise adeziv denmektedir. Dört farklı adezyon tipi bulunmaktadır:

Mekanik Adezyon

Adezivin, adherent yüzeyindeki girinti ve çıkıntılı yüzeylere kilitlenmesidir. Mekanik adezyonda, geometrik ve reolojik faktörler etkilidir. Yüzey pürüzlülüğü veya mikroskobik olarak oluşan porözite geometrik; materyalin akışkanlığı sebebiyle bir çıkıntı etrafına akması ve büzülerek tutunması ise reolojik etkenlere örnek verilebilir.^{61, 62}

Adsorbsiyon Adezyonu

Adeziv ve adherent arasındaki primer ve sekonder kimyasal bağların etkisi ile oluşan bağlanmadır. Primer kimyasal bağlar iyonik, kovalent ve metalik bağlar;

sekonder kimyasal bağlar ise Van der Walls kuvvetleri, dipol bağlanma kuvvetleri, London dispersiyon kuvvetleridir.^{61, 62}

Difüzyon Adezyonu

İki polimerin, arayüzdeki polimer zincir uçlarının difüzyonu aracılığıyla gerçekleştirdiği, hareketli moleküller arasındaki bağlanmadır.⁶²

Elektrostatik Adezyon

Farklı yapıdaki düz yüzeyler arasında elektrostatik etkileşimler sonucu gerçekleşir ve oldukça zayıf bir bağlanmadır.⁶²

Uzun süreli, iyi bir adezyonun sağlanabilmesi, bağlanan yüzeylerin sıkı temasıyla yakından ilgilidir. Bu amaçla, katı materyallerde likit bir adeziv kullanılmaktadır. Adeziv ile adherent yüzeyin tam temasında ise adezivin viskozitesi, adherentin ıslanabilirliği, morfolojisi ve pürüzlülüğü etkilidir.

Adezyonun kalitesi ayrıca yüzey enerjisi ile de doğrudan ilişkilidir. Adezivin, yüzeye yayılıp ıslatabilmesi için, yüzey geriliminin adherentin serbest yüzey enerjisinden fazla olması gerekmektedir.

Adezyonu etkileyen bir diğer önemli faktör de ıslanabilirliktir. Kuvvetli bir adezyon için adezivin, adherent yüzeyindeki akıcılığının fazla olması ve yüzeyi iyi ıslatabilmesi gerekir. Islanabilirlik, temas açısı ile ölçülmektedir. Temas açısı, katı yüzey üzerine damlatılan likit yapının oluşturduğu damlacığa, katı yüzeyle birleşim yerinden çizilen teğetin bu yüzey ile yaptığı açıdır. Adezivin adherent yüzeyini iyi ıslatabilmesi, temas açısının sıfır dereceye yakın olmasıyla sağlanabilir. Adeziv ile adherent molekülleri arasındaki kuvvetli çekim, adezivin yüzeye yayılarak çok küçük açı oluşturmaya neden olur ve bu çekim kuvveti azaldıkça adeziv yüzeye yayılmayıp, küre biçiminde toplanır ve daha büyük bir temas açısı oluşur ki bu da adezyonu zayıflatır.⁶²

Mekanik adezyonun sağlanabilmesinde ise yüzey pürüzlülüğü önemli bir etkendir. Yüzeyin pürüzlendirilmesi yüzey alanını; bu da yüzey enerjisini artırmaktadır. Pürüzlü yüzeyler üzerindeki atomlar yüksek yüzey enerjisine sahiptir ve bu yüzeylere adezyon oldukça kuvvetlidir.⁶³

Tam seramik restorasyonlarda uzun dönem klinik başarı, restorasyon ve rezin siman arasındaki adezyonun başarısı ile yakından ilişkilidir. İyi bir adezyon sağlanmasının sonucu olarak; mikrosızıntı önlenir, iyi bir tutuculuk ve marjinal bütünlük sağlanır ve diş ile restorasyonun kırılma dayanıklılığı arttırılmış olunur. Başarılı bir adezyon için, diş yüzeylerinin hazırlığı kadar, restorasyona uygulanan yüzey hazırlık işlemleri ve doğru simantasyon materyalinin seçimi de oldukça önemlidir. Tam seramik sistemlerde en güncel simantasyon yaklaşımı, adeziv simantasyondur.^{64, 65}

Seramik restorasyonlar simantasyon prosedürüne göre konvansiyonel seramikler (feldspatik porselen, lösit veya lityum disilikatla güçlendirilmiş seramikler) ve yüksek dirençli seramikler (zirkonyumla güçlendirilmiş seramik, cam infiltre alüminyum oksit seramik, yoğun sinterize alümina seramik) olarak iki gruba ayrılır.^{66, 67}

Konvansiyonel seramiklerde, ışıkla ya da çift yönlü (dual) polimerize olan siman materyalleri kullanılır.⁶⁸ Yüksek dirençli seramiklerin simantasyonu ise fosfat monomer içerikli rezin siman, konvansiyonel rezin siman, rezin modifiye cam iyonomer siman, cam iyonomer siman, çinkofosfat siman veya kendinden adeziv rezin simanlarla yapılabilir.^{64, 69}

2.5. Rezin Simanlar

Rezin simanların restoratif kompozit rezinlerden farkı, daha az doldurucu içermeleri ve daha az viskozite göstermeleridir. Yapı olarak dört ayrı faz içerirler.

Organik Polimer Faz

Genellikle bisfenol A glisidil metakrilattan (Bis-GMA) oluşurken, son zamanlarda polimer matriks olarak üretan dimetakrilat (UDMA) da kullanılmaktadır. UDMA, etkili bir adezyon sağlar ve renk değişimine dirençlidir. Fazla akıcı kıvamda olan bu yapıların viskozitelerinin kontrolü için matrikse, trietilen glikol dimetakrilat (TEGDMA) ilave edilmiştir.^{65, 70}

İnorganik Faz

Farklı form ve boyutta kuartz, stronsiyum, baryum, borosilikat cam, lityum alüminyum silikat, yiterbiyum, çinko gibi doldurucular organik matriks içinde dağılmış olan inorganik fazı oluşturur. Bu taneciklerin boyutu arttıkça, organik

matriksin oranı azalır. Isıl genişleme katsayısı, su emilimi ve polimerizasyon büzülmesi azalırken, dayanıklılık artar.⁷¹

Ara Faz (Bağlayıcı Ajanlar)

Organik polimer matriks fazı ile inorganik faz arasındaki bağlantıyı sağlar. Bu faz, organik silisyum bileşiği olan silanlardan oluşur.⁷¹

Polimerizasyon Başlatıcı Ajanlar, Stabilizatörler ve Pigmentler

Kimyasal olarak polimerize olan rezin simanlarda başlatıcı organik peroksit ve hızlandırıcı tersiyer amin reaksiyona girer ve bu reaksiyon sonucu oligomer molekülü ile çift bağlantı yapacak olan serbest radikaller açığa çıkar. Işıkla polimerize olan sistemlerde ise, kamforokinon molekülü polimerizasyonu başlatan moleküldür. Hızlandırıcı alifatik amin varlığında serbest radikaller açığa çıkar ve polimerizasyon başlar.^{71, 72}

Rezin simanlar içeriklerine göre üçe ayrılabilir:

- a. Akrilik Rezin Simanlar: Tozu, metil metakrilat polimerleri veya benzoil peroksitli kopolimerler, mineral doldurucu ve pigmentlerden; likiti ise amin esaslı hızlandırıcı içerikli metil metakrilat monomerlerinden oluşur. Monomer çözünerek, polimer partiküllerini yumuşatır ve amin-peroksit etkileşimi ile oluşan serbest radikaller polimerizasyonu meydana getirir.
- b. Adeziv Rezin Simanlar: Metil metakrilat monomerine 4-metiloksi etil trimelletik anhidrid (4-META) ve tribütil boron maddelerinin ilavesi ile oluşur. Tribütil boron, dentine kimyasal bağlanmayı artırır ve ek polimerizasyon başlatıcısı olarak rol alır.^{18, 21}
- c. Dimetakrilat (Kompozit) Rezin Simanlar: bis-GMA esaslı simanlardır. Çeşitli seramik doldurucular içeren monomerler ile aromatik dimetakrilatların bileşiminden oluşurlar. Toz-likit veya iki pat şeklinde bulunurlar. Toz-likit formunda olanlarda toz, borosilikat veya silika cam karışımının polimer tozu ve organik peroksit başlatıcı bileşiminden meydana gelir. Likit ise, bis-GMA veya diğer metakrilat monomerleri ile bir amin türevinden oluşur. İki patlı sistemlerde bu monomer ve doldurucular, her iki pat içerisinde de bulunmaktadır.

Polimerizasyon şekillerine göre de rezin simanları yine üçe ayrılabiliriz:

- a. Kimyasal Yolla Polimerize Olan Rezin Simanlar (self-cure): Genellikle baz ve katalizör olmak üzere çift pat şeklindedir. Peroksit başlatıcılar ve amin hızlandırıcıların reaksiyonu oda ısısında serbest radikallerin oluşumunu sağlar ve bu da kimyasal polimerizasyonu sağlar. Uzun sertleşme zamanı, çalışma süresinin kısa olması, içerisindeki tersiyer amine bağlı amin renklenmesi ve karıştırmaya bağlı porozite oluşma riski bu simanların dezavantajlarıdır. Adeziv köprüler, ışığı geçirmeyen, opak yüksek dirençli seramik ya da metal-seramik restorasyonlar, kalınlığı 2,5 mm'den daha fazla olan seramik restorasyonlar, metal veya seramik inley ve onleylerin simantasyonunda kullanımı önerilmektedir.^{18, 20, 65}
- b. Işık ile Polimerize Olan Rezin Simanlar (light-cure): Yapılarındaki polimerizasyon başlatıcı ışığa duyarlı kamforokinon; hızlandırıcı ise alifatik amindir. Polimerizasyonu başlatan görünür mavi ışığın dalga boyu, 420-450 nm arasındadır. Işık ile sertleşen rezin simanlar farklı yoğunluk, renk ve bileşenlere sahiptir.⁶⁵ Çalışma süreleri uzundur; ancak ışığa maruz kaldıktan sonra hızlı polimerize olmaktadır. Tamamen polimerize olmaları için 24 saat geçmesi gerekmektedir.^{73, 74} Peroksit başlatıcı ve tersiyer amin içermedikleri için renk stabiliteyi iyidir. Bu simanların kullanımı, görünür ışığın penetrasyonunu sağlayacak 1.5-2 mm kalınlıkta, translusent yapıda seramik ya da kompozit lamina restorasyonların simantasyonunda endikedir. Opak restorasyonlar ve post simantasyonunda kullanımı önerilmez.⁷⁰
- c. Işık ve Kimyasal Yolla Polimerize Olan Rezin Simanlar (Dual-cure): İki pat veya toz-likit şeklinde üretilirler. Polimerizasyon ışık etkisi ile başlayıp kimyasal olarak devam eder. Komponentlerin birinde ya da her ikisinde, reaksiyonu başlatan kamforokinon bulunur. Işıkla aktivasyon gerçekleştirilinceye kadar, benzol peroksit ve aromatik tersiyer aminlerle sertleşme reaksiyonu kontrol edilir.^{18, 75} Uzun dönemde amin hızlandırıcıya bağlı oluşan renk değişiminin, kimyasal sertleşen rezin simanlardan daha az; ancak ışık ile sertleşenlerden daha fazla olduğu rapor edilmiştir.^{76, 77} Işık geçirgenliğinin sınırlı olduğu 1.5-2.5 mm kalınlığındaki döküm seramik,

porselen veneer ve kompozit restorasyonların simantasyonunda kullanılabilirler.^{70, 78, 79}

2.6. Adeziv Simantasyon Öncesi Tam Seramik Restorasyonlara Uygulanan Yüzey İşlemleri

Adeziv restorasyonların başarısındaki en önemli faktörlerden biri, restorasyon ile rezin siman ara yüzeyindeki bağlantının direncidir. Bu sebeple, bağlanma yüzeyine uygulanan yüzey işlemleri büyük önem taşımaktadır. Seramik ile rezin arasındaki adezyon, fiziko-kimyasal etkileşimle gerçekleşir ve bu etkileşim kimyasal bağlanma ve mikromekanik kilitlenmeyi içerir. Yüzey pürüzlülüğünün artırılması, mekanik retansiyon açısından önemlidir.^{80, 81} Pürüzlendirme ile yüzey alanı, yüzey enerjisi ve yüzey ıslatılabilirliği artırılır.⁶⁹ Adeziv simantasyon öncesi tam seramik restorasyonlara uygulanan yüzey işlemleri mekanik, kimyasal, mekanik-kimyasal olmak üzere üç başlık altında incelenebilir.⁵

2.6.1. Mekanik yüzey işlemleri

Asit ile pürüzlendirme: Tam seramiklerde yüzey pürüzlülüğü sağlamak ve mekanik retansiyon elde etmek için yaygın kullanılan yüzey işlemlerinden biri, 1-3 dakika süreyle, %2,5-10 arasında değişen konsantrasyonlarda hidroflorik asit (HF) uygulamasıdır.⁸² Hidroflorik asit, seramiğin cam fazına etki eder ve cam matrisi çözerek lösit kristalleri çevresinde mikroandırtıklar oluşmasını sağlar. Resin simanların akışkanlıklarının yüksek olması ve bu sayede mikroandırtıkları doldurması ile de yüksek oranda mikromekanik bağlantı sağlanır. Feldspatik seramiklerin simantasyonunda en etkili yöntem HF ve ardından silan uygulaması ile mikromekanik ve kimyasal bağlantının birlikte sağlanması şeklindedir.⁸³ Ancak, camsı içeriği zayıf, yüksek kristalin ve saf poli kristalin yapıdaki seramikler üzerinde HF asit ile tutucu alanlar elde etmek pek mümkün olmamaktadır. Bu nedenle, ilave bazı yöntemlere ihtiyaç duyulmaktadır.^{41, 69, 84}

Hidroflorik asit dışında, %36-40 oranlarında fosforik asit ve %1.23 oranındaki asidüle fosfat florür de porselen ya da kompozit yüzeylerinin pürüzlendirilmesinde kullanılabilir.^{83, 85}

Kumlama: Tam seramik restorasyonlarda yüzey pürüzlülüğünü artırmak için yaygın kullanılan bir yöntemdir.^{80, 81} Genellikle, 4-6 atmosfer basınç altında, 30-250

µm boyutlarında alüminyum oksit (Al_2O_3) partikülleri ile zirkonya yüzeyindeki kontamine tabakalar ortadan kaldırılırken, mikromekanik kilitlenme için gereken yüzey pürüzlülüğü elde edilir. Aynı zamanda, yüzey gerilimi azalır, yüzey enerjisi ve yüzeyin ıslatılabilirliği artar.^{86, 87} Kumlama esnasında bazı alümina partikülleri yüzeye gömülür. Substrat yüzeyinde alümina kaplı bir tabaka oluşur. Kumlama basıncı arttıkça, alümina gömülmesi artar. Silanizasyondan sonra $=Al-O-Si\equiv$ bağlantısı oluşur.⁸⁸

Kumlama işleminde, kullanılan partiküllerin kumlama yapılacak materyalin yüzeyinden daha sert olması önemlidir. Partikül büyüklüğü ile yüzeyde oluşturulan defekt büyüklüğü doğru orantılıdır; ancak bununla beraber kullanılan zirkonyum oksitin içerik, sertlik, yoğunluk, gren boyutu da sonucu etkilemektedir.^{89, 90}

Zirkonya ve alümina seramik restorasyonlarda, Al_2O_3 ile kumlama yapıldıktan sonra 10-metakriloiloksidetil dihidrojen fosfat (MDP) fosfat monomer içerikli rezin siman kullanımı, uzun süreli ve dayanıklı bir bağlantı ile sonuçlanmıştır.⁸⁶

Kumlama işlemi yüzey pürüzlülüğü ve bağlanma dayanımını artırmasına karşın, mikroçatlak oluşumunu başlatarak seramik restorasyonun ömrünü azaltabilmektedir.^{91, 92} Bazı çalışmalar, kumlama işlemine bağlı olarak zirkonya seramiklerde keskin çatlaklar ve yapısal defektler oluşacağını ve fonksiyon sonucunda zirkonya alt yapılarda radyal kırığa yatkınlık olabileceğini belirtmektedir.⁹³

Dönen aletler ile pürüzlendirme: Seramik yüzeylerinin silisyum karbid veya Al_2O_3 aşındırıcı içeren zımparalar veya elmas frezlerle aşındırılması ile mekanik bağlantı sağlanır. Bu yöntemin en önemli avantajı ağız içinde kolay bir şekilde uygulanabilmesidir. Farklı döner aletler ile pürüzlendirme yöntemleri değerlendirildiğinde, elmas frezlerle yapılan aşındırmada diğerlerine kıyasla daha pürüzlü yüzeyler elde edilerek bağlantı artırılabilir. Ancak, kumlama işleminde olduğu gibi bu yöntemde de seramik yüzeyinde oluşan çatlaklar, seramiğin direncini ve kırılma dayanımını azaltabilmektedir.^{41, 94} Bu işlem sırasında materyalin dayanıklılığını etkileyen faktörler ise, aşındırmanın yönü, aşındırıcı grenlerin büyüklüğü, aşındırma hızı ve kesme derinliğidir.^{95, 96}

Lazer ile pürüzlendirme: Erbiyum Yttrium Alüminyum Garnet (Er:YAG) lazer, mikropatlamalar ve buharlaşma ile partikülleri ortadan kaldırarak madde kaybı

oluşturur. Bu sayede oluşan krater ve porlar da mikromekanik retansiyona katkı sağlar.⁹⁷ Gökçe ve ark.⁹⁸ yaptıkları bir çalışmada, IPS Empress II seramik ile rezin siman arasındaki bağlanma üzerinde asit ve Er:YAG lazerin farklı enerjilerinin etkisini araştırmışlar ve 300 mJ, 20 Hz uygulamasının bağlantıyı artırdığını bulmuşlardır. Bununla beraber, Er:YAG lazerin 600 ve 900 mJ enerji değerleri ile uygulanması sonucu ise bağlantının düştüğünü göstermişlerdir. Bunun sebebini ise, yüksek enerjinin yüzeyde ısı hasarlı bir tabaka oluşturması ve bunun, bağlantıyı zayıflatması olarak açıklamışlardır. Cam infiltre alümina seramiklerde karbondioksit lazerin kullanıldığı bir çalışmada, yüzey pürüzlülüğünde herhangi bir artma görülmemiş; ancak kumlama, asit uygulaması ve kontrol gruplarına göre bağlantı dayanıklılığının arttığı gösterilmiştir.⁹⁹ Karbondioksit, Er:YAG ve Nd:YAG lazerlerin kullanıldığı bir başka çalışmada ise, Nd:YAG lazerin sadece kumlama ile birlikte uygulanmasını takiben etkili bir pürüzlendirme sağladığı, diğer iki tip lazerin ise yüzey pürüzlülüğünü artırarak, zirkonya-rezin siman bağlantısını güçlendirdiği belirtilmiştir.¹⁰⁰

Plazma spreyi uygulaması: Plazma; iyon, elektron ve atomlardan meydana gelen kısmi bir gazdır. Plazma spreyi uygulaması, vakum altında gerçekleştirilir ve böylece gazın kontrollü iyonizasyonu sağlanır. Yüksek frekansa sahip jeneratör ile plazma içerisindeki gazın iyonizasyonu sağlanır. Seramik yüzeyinin oksijenle aktive edilmesi sonucu, yüzeyde bulunan hekzametildisiloksanın yapısı bozulur. Polimer oksijenle aktifleşir. Bu uygulamanın zirkonya seramik yüzeyinde uygulanması ise, seramik ile rezin siman arasındaki silika partiküllerinin aktivasyonu ile kovalent bağların oluşumu sağlanarak gerçekleştirilir. Bu sayede bağlantı dayanıklılığı artırılır.¹⁰¹

Porselen incisi ile pürüzlendirme: Toz halindeki porselen inciler su ile karıştırılıp seramik yüzeylerine uygulanır ve 720 °C’de fırınlanarak yüzeye sabitlenir.¹⁰¹

2.6.2. Kimyasal yüzey işlemleri

Silan uygulaması: Silanlar, silisyum (Si) atom veya atomlarından oluşan, çift fonksiyonlu inorganik ve organik bileşiklerdir. İçerdikleri hidroksil grubu ile seramik yüzeyinde bulunan silikon dioksitlere, organik fonksiyonel grup ile de rezin simanın

organik matriksine bağlanarak bifonksiyonel bir molekül özelliği sergilerler. Silan uygulaması, uygulanan yüzeyin yüzey gerilimini azaltır, ıslanabilirliği ve yüzey enerjisini artırır ve böylece etkili bir adezyon sağlar.^{102, 103}

Diş hekimliğinde silan uygulamalarında, %90-95 etanol veya isopropanol solüsyonları sıkça kullanılmaktadır. En sık kullanılan ise, 3-Metakriloksipropiltrimetoksisilan (3-MPS)'dir.^{102, 103}

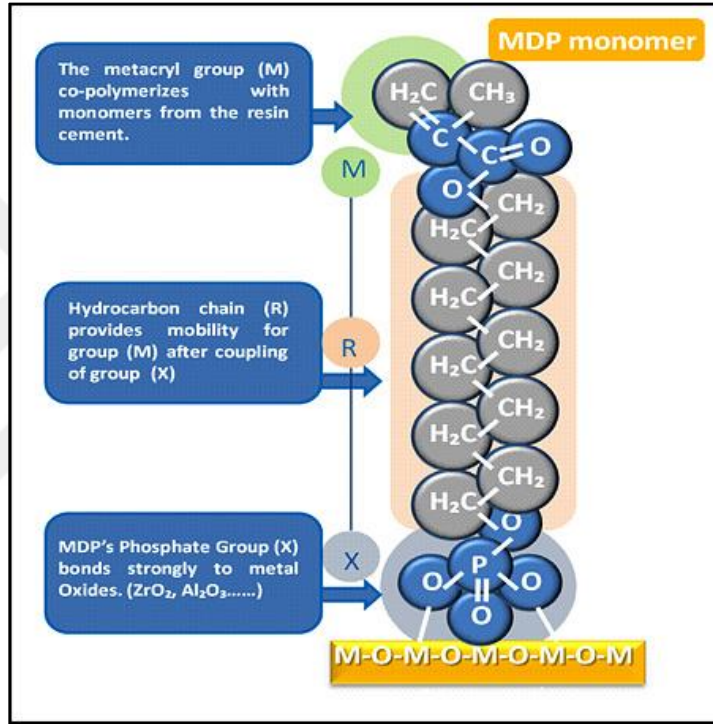
Silika esaslı seramiklerde, yüzeyin HF ile pürüzlendirilmesini takiben silan bağlayıcı ajan uygulaması başarılı bir bağlanma sağlarken, kimyasal olarak stabil ve silika içermeyen zirkonya seramiklerde bu yöntemin başarı oranı düşüktür.^{41, 101, 104} Cam matriks içerikli seramiklerde yüzey hazırlama işlemi olarak kullanıldıklarında, silanın yapısında bulunan inorganik gruplar seramik yüzeyindeki silika (SiO₂) ile reaksiyona girer ve siloksan ağı (-Si-O-Si-) oluşumunu sağlarlar. Bunun yanı sıra, silanın fonksiyonel grupları (metakrilat grubu) da rezinin organik matriksi ile reaksiyon oluşturarak seramik-rezin bağlantısını güçlendirirler. Zirkonya seramiklerde silan uygulaması, tribokimyasal silika kaplama ile birlikte uygulandığında daha etkili sonuç vermektedir.¹⁰⁵

Primer uygulaması: Metal primerler, metal yüzeyinde bulunan oksitlere yatkın olduklarından saf metal ve metal alaşımları ile kuvvetli bağlar oluşturarak, rezin siman ile kıymetli ve kıymetsiz metal alaşımları arasında kimyasal bağlantı sağlayan ajanlardır. Zirkonya yüzeyinde de titanyuma benzer şekilde ince bir pasif oksit tabakası oluşabilmekte ve böylece primer uygulaması için uygun hale gelmektedir.¹⁰⁶ Silika içermeyen zirkonya seramiklerin rezin simanla bağlantısını artırmak için geliştirilen 10-MDP gibi fosfat monomerleri içeren primerler günümüzde sıkça kullanılmaya başlanmıştır ve kumlamayı takiben uygulandıklarında stabil bir bağlanma sağladığı söylenmektedir.^{107, 108}

Ayrıca, 3-MPS ile 10-MDP'nin solüsyonda bir arada bulunması da zirkonya-rezin siman bağlantısını önemli ölçüde artırmaktadır.¹⁰⁴ MDP monomerde bulunan fosfat ester grubu ile zirkonya seramik yüzeyindeki hidroksil grupları ve metal oksit tabakası arasında bağ oluşmaktadır.^{109, 110} Aynı zamanda, MDP 'nin metakril grupları da rezin siman içerisinde bulunan monomerlerle bağ kurmaktadır.¹¹¹

MDP bileşiği, zirkonya esaslı seramikler, metal alaşımlar ve mine, dentin yapısına bağlanmada oldukça etkilidir. Yapısında;

- 1- Polimerizasyonun gerçekleşmesini sağlayan terminal çift bağlanma grupları
- 2- Hidrofilik ve hidrofobik özellikler arasında denge sağlayan hidrofobik alkalin grupları ve
- 3- Diş yapısında demineralizasyon gerçekleştirerek minde bulunan kalsiyum ve hidroksiapatit ile kimyasal bağlanma gerçekleştiren asidik hidrofilik fosfat grupları içermektedir (Şekil 3).¹¹²



Şekil 3 MDP monomerin kimyasal yapısı¹¹²

Kern ve Wegner¹¹³ 1998 yılında yaptıkları çalışmada, MDP içerikli rezin simanlar ile geleneksel Bis-GMA rezin simanların kumlanmış zirkonya seramik yüzeylerine bağlanmasını incelemişler ve MDP içeren simanların daha etkin bir bağlantı sağladığını bildirmişlerdir. MDP'nin yapısında bulunan fonksiyonel fosfat ester grubu, asitle pürüzlendirilemeyen seramik yüzeylerindeki metal oksitler ile doğrudan bağlantı kurabilmektedir. Fakat bu bağlantının, restorasyonun uzun dönem kullanımı sonucunda nasıl etkileneceği ve hidroliz karşısındaki davranışına dair çalışmalar devam etmektedir.¹¹⁴

İçeriğinde MDP monomer dışında, 4-META ve tiyofosforik asit metakrilat (MEPS) gibi monomerleri bulduran primerlerin de zirkonya-rezin siman bağlantısında artış sağladığı öne sürülmüştür.¹¹⁵

2.6.3. Mekanik-kimyasal yüzey işlemleri

Silika kaplama

-Pirokimyasal Silika Kaplama: Kolloidal silikanın yüksek derecelerde uygulanması şeklinde gerçekleştirilen yöntemdir. Bu amaçla kullanılan ve metal ile rezin bağlantısını artıran sistemler Silicoater™ Classic, Silicoater™ MD ve Siloc™'dir. Tetraetoksisilan (TEOS) içeren solüsyon alevden geçirilir ve yüzey 0,1-1 µm kalınlığındaki bu silika tabakası ile kaplanır. Yakın zamanda üretilen Silanopen™ ise tam seramikler için geliştirilmiştir ve zirkonya seramiklerde kullanılır.^{114, 116}

-Tribokimyasal Silika Kaplama: Seramik yüzeyi, silisik asit ile modifiye edilen alüminyum oksit tanecikleri ile kumlanır ve çarpma hızının etkisi ile silika tanecikleri yüzeyde 15 µm derinliğe gömülür. Böylece, silika ile modifiye olan seramik yüzeyinde bir cam fazı tabakası oluşturulmuş olup silan bağlama ajanları ile kimyasal bağlantı sağlayacak duruma getirilir. Kumlamaya bağlı oluşan yüzey pürüzlülüğü ise bu kimyasal bağlantının yanı sıra, mikromekanik bağlantıya da olanak sağlar.^{86, 117} Bu işlem, ağız içinde Cojet cihazı ile yapılırken, laboratuvarında Rocatec sistemi ile gerçekleştirilmektedir.

Cojet sistemi (3M ESPE, Seefeld, Almanya), Cojet kumları ve bir silan bağlayıcı olan Espe-Sil'den (3M ESPE) oluşur. İçeriğinde %97'den çok Al₂O₃, %3'ten az amorf silika bulunur. 30 µm boyutundaki, oldukça küçük partikül boyutuna sahip Cojet kumları, daha küçük mikroratif alanlar oluşturur. Zirkonya seramiklerde 30 µm boyutundaki Cojet kumları 0,28 MPa basınç ve 15 sn süreyle, 10 mm mesafeden püskürtülür ve ardından Espe-Sil uygulanarak 5 dk sertleşmesi beklenir.^{118, 119}

Rocatec sistemi (3M ESPE, Seefeld, Almanya) ise laboratuvarında kullanılan tribokimyasal silika kaplama yöntemidir. Bu yöntemde öncelikle 100 µm boyutunda Al₂O₃ içeren Rocatec-Pre, 0,28 MPa basınçla yüzeye püskürtülür ve mikroratif alanlar oluşturulur. Bunu takiben, 110 µm boyutunda silika ile modifiye edilmiş Al₂O₃ Rocatec-Plus veya 30 µm boyutunda silika ile modifiye edilmiş Rocatec-Soft ile yine

0.28 MPa basınç altında, 10 mm mesafeden, 13 sn süre ile ikinci kez kumlama işlemi yapılır ve ardından Espe-Sil silan ajanı uygulanarak 5 dk sertleşmesi beklenir.¹⁰²

Silika kaplama sistemleri ile rezin simanın, cam infiltre alüminyum oksit,¹²⁰ yoğun sinterize alümina seramik¹¹⁷ ve zirkonya esaslı seramiklere¹²¹ bağlanmasının artırıldığı bildirilmiştir.

Tribokimyasal silika kaplama yöntemi ile, zirkonya seramik ve rezin siman bağlantısının, tek başına kumlama ya da tek başına silan uygulama işlemlerine kıyasla çok daha artmış olduğu birçok çalışma ile gösterilmiştir.^{118, 122} Ancak yapılan bir çalışma, bu bağlantının uzun dönem başarısını değerlendirmiş ve silikanın zirkonya yüzeyine güçlü bir şekilde bağlanmadığını; bu nedenle başlangıçta artmış olan bağlanma dayanımının, uzun dönem kullanım sonucu etkinliğinin azaldığını bildirmişlerdir.¹¹³ Bir başka çalışmada yine, tribokimyasal silika kaplama ve silan uygulamasının başlangıç bağlanma dayanımında artış sağladığı; ancak uzun zamanda bağlanma dayanımının düştüğü gözlenmiştir.¹²³ Buna sebep olarak, silika ile zirkonya arasındaki bağların Van der Waals gibi zayıf fiziksel bağlar olması ve bunların ağız içerisinde yeterince stabil olmaması gösterilmektedir.¹⁰⁸ Bu durum, tribokimyasal silika kaplama yöntemi hakkında soru işaretlerine yol açmaktadır.¹²⁴

HIM/SIE (Heat induced maturation/ Selective infiltration etching):

Aboushelib ve ark.¹²⁵ zirkonya seramikler ile adeziv rezin siman bağlantısını arttırmak amacıyla Selective Infiltration Etching (SIE) yöntemini geliştirmişlerdir. Bu yöntemde amaç, sinterlenen zirkonya yüzeyine akıcı yapıda sıvı cam uygulanması ile nano düzeyde poröz ve düzensiz bir yüzey oluşturmaktır. Sıvı camın yüzeyde tutunmasını sağlayan mekanizmanın ise, SIE yönteminden önce uygulanarak tamamen sinterlenmiş zirkonya seramiğin gren sınırlarının değişimine ve grenler arası nanometrik boşlukların oluşumuna neden olan HIM yöntemi ile sağlandığını belirtmişlerdir. HIM tekniğinde, zirkonya gren sınırları iki kısa termal siklus altında strese maruz bırakılmakta ve gren sınırlarında stres oluşturulmaktadır. Bu işlemi takiben, diğer materyallerin bu gren sınırlarına infiltrasyonu sağlanmaktadır. HIM ile değiştirilerek sabitlenen gren sınırlarına ince tabaka halinde bir infiltrasyon ajanı uygulanır. Yarı sıvı haldeki cam, grenler arasına infiltre olarak yüzey gerilimi ve kapiller kuvvetleri artırır. Böylece grenler yeniden konumlanır ve grenler arası üç

boyutlu poröz bir ağ yapısı oluşur. SIE ile elde edilen poröz yapı içerisine infiltre olan adeziv rezin, kuvvetli nanomekanik bir bağlantı sağlar.¹²⁵ Bu yöntemin kumlama ile karşılaştırıldığı bir çalışmada, bağlanma dayanımının HIM/SIE yöntemi ile pürüzlendirilen örneklerde artmış olduğu gösterilmiştir.¹²⁶

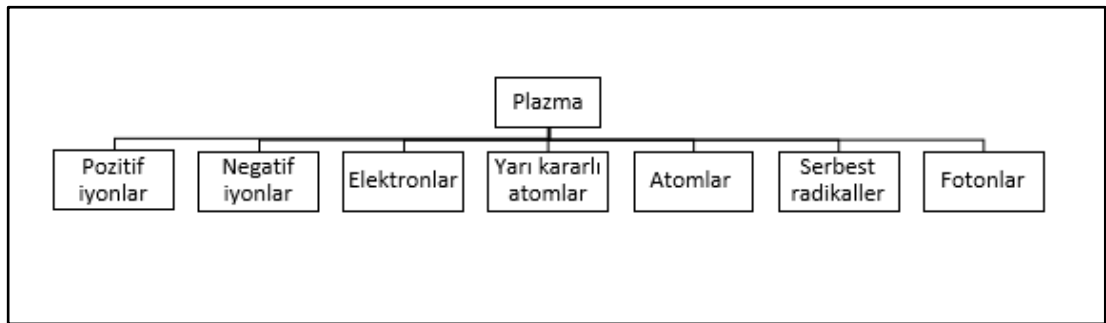
2.7. Plazma

2.7.1. Plazmanın tanımı ve sınıflandırılması

Maddenin, katı, sıvı ve gaz olmak üzere üç hali vardır. Maddenin gaz haline fazla enerji yüklendiğinde, partiküllerin birbiri ile çarpışması artar; buna bağlı olarak elektronlar ve iyonlar oluşur ve gaz iyonize olur. Maddenin dördüncü hali olarak kabul edilen “plazma”, işte bu kısmi iyonize olmuş gaz halidir.^{127, 128}

Plazma, 1928 yılında Amerikalı kimyager ve fizikçi Irving Lanmuir tarafından tanıtılmıştır.¹²⁹ Evrende doğal plazmalara birçok örnek vardır. Güneş koronası, güneş rüzgarları, nebula, dünyanın iyonosfer tabakası, kuzey ışıkları ve yıldırımlar bunlara örnektir. Bu doğal plazma örneklerinin yanı sıra plazma, yapay olarak da üretilebilmektedir. Yapay plazma üretimi için, gazlara çeşitli yöntemlerle enerji yüklenmektedir. Bu amaçla en sık kullanılan yöntem, gaza elektrik veya elektromanyetik alan uygulanmasıdır ki bu nedenle, plazma “gaz deşarjı” olarak da tanımlanabilmektedir.¹³⁰

Plazma içinde elektronlar ve iyonlardan başka fotonlar, uyarılmış atomlar veya moleküller, radikaller, metastabil atomlar, nötral atom veya moleküller de vardır (Şekil 4).¹³¹

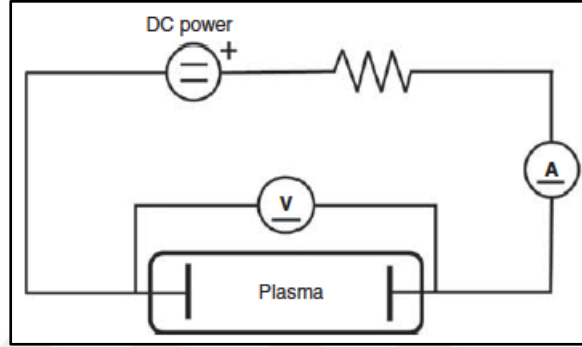


Şekil 4 Plazmanın içerdiği kimyasal türler

2.7.2. Plazma üretimi

Yapay olarak plazma üretilmesinde en sık kullanılan yöntem, gaza elektrik veya elektromanyetik enerji verilmesidir.

İki adet paralel-plakalı elektrot, gaz ile dolu cam tüp içerisinde yüksek gerilimli doğru akım gücüne düşük basınçta bağlanmakta ve bu şekilde doğru akım deşarjı oluşmaktadır (Şekil 5).¹³⁰



Şekil 5 Doğru akım deşarjı¹

2.7.3. Plazma sistemleri

Plazmaların sınıflandırılması, gaz atom veya moleküllerinin iyonlaşma derecesine, plazma deşarjının oluşturulduğu basınca ve oluşan plazmanın sıcaklığına göre yapılabilmektedir.^{131, 132}

Elektrotlara uygulanacak enerji kaynağı (ısıtma, doğru akım veya alternatif elektriksel akım, radyofrekans dalgaları, mikrodalga), ortam basıncı (düşük, atmosferik ve yüksek basınçlı) ve plazmayı oluşturacak gaz (hava, argon, helyum, oksijen) plazmanın türünü belirlemektedir.¹³³

Plazma, elektronlar ve ağır partiküllerden oluşmaktadır. Elektronlar, elektromanyetik alandan elde ettikleri enerjiyi, elastik ve elastik olmayan çarpışmalarla ağır partiküllere iletmekte ve ağır partiküller de enerjiyi ortama yaymaktadır. Plazmanın sıcaklığı, bu ağır partiküllerin sıcaklığına bağlıdır.¹³⁰

Termodinamik özelliklerine göre plazmalar

Plazmalar termodinamik özelliklerine göre, ısı (termodinamik denge plazmaları) ve ısı olmayan (denge dışı plazmalar) plazmalar olarak sınıflandırılabilir.

Isıl Plazmalar

10^3 Pa'dan yüksek basınçta ve elektron sıcaklığı 10^4 K'den yüksek olan plazmalardır. İyonlaşma derecesi, yani toplam plazma parçacıkları içinde iyon olanların sayısı, %100 veya %100'e yakın bir değerdir. Bu plazmalar, termodinamik açıdan denge halindedir.

Yüksek basınç altında, elektronlar ve ağır partiküllerin çarpışma sıklığı artar ve aralarında enerji alışverişi gerçekleşir. Böylece, termodinamik denge lokal olarak kurulabilir ve plazma sıcaklığı elektron sıcaklığı seviyesine çok yaklaşır. Bu şekilde üretilen plazmaya “lokal termodinamik dengeye sahip plazma”, aynı zamanda “termal plazma” adı verilmektedir.¹³² Kutuplardaki plazmalar bunlara örnek verilebilir.¹³³

Isıl Olmayan Plazmalar

Termodinamik açıdan denge halinde olmayan, 10^4 K düzeyindeki nispeten sıcak elektronlar ve yaklaşık çevre sıcaklığındaki soğuk iyon ve nötr atomlardan oluşan plazmalardır. İyonlaşma derecesi sıcak plazmaya göre düşüktür.¹⁵⁸

Elektronlar ve ağır partiküller arasındaki sıcaklık dengesi gaz basıncı ile ilişkilidir. Düşük basınç altında, elektronlar ve ağır partiküller arasındaki çarpışma sıklığı, termal denge kurulması açısından yetersizdir. Plazma sıcaklığı daha düşük sıcaklıkta kalırken, uyarılmış elektronlar yüksek sıcaklıklarını korumaktadır. Bu durumda, termodinamik denge lokal olarak bile kurulmaz ve üretilen plazma “non-lokal termodinamik dengeye sahip plazma” olarak adlandırılır. Aynı zamanda plazmanın düşük sıcaklığa sahip olması dolayısıyla “soğuk plazma” veya “non-termal plazma” isimleri de kullanılmaktadır.^{134, 135} Kuzey ışıkları bunlara örnektir.¹³³

Çalışma basıncına göre plazmalar

Basınçlarına göre plazmalar, düşük basınçta ve atmosferik basınçta elde edilen plazmalar şeklinde ikiye ayrılır.¹³¹ Literatürde¹³⁶⁻¹³⁸ daha çok atmosferik basınçlı plazma sistemleri kullanılmıştır. Bu tez çalışması kapsamında da yine atmosferik basınçla elde edilen plazma sistemlerinden olan “dielektrik bariyer boşalım plazması” kullanılacaktır.

Düşük Basınçta Çalışan Soğuk Plazma Sistemleri

Gaz basıncı düşürüldüğünde, gazı iyonlaştırmak için gereken voltaj azalır; yani bu sistemlerde düşük güçle aktif plazma elde edilebilmektedir. Mikrodalga ve radyofrekansla çalışan soğuk plazma sistemleri düşük basınçlı sistemlere örnektir. Bu

sistemlerin dezavantajı, bir vakum haznesi veya ekipmanına ihtiyaç duyulmasıdır ki bu da sistemi pahalı bir sistem haline getirmektedir.^{139, 140}

Atmosferik Basınçta Çalışan Soğuk Plazma Sistemleri

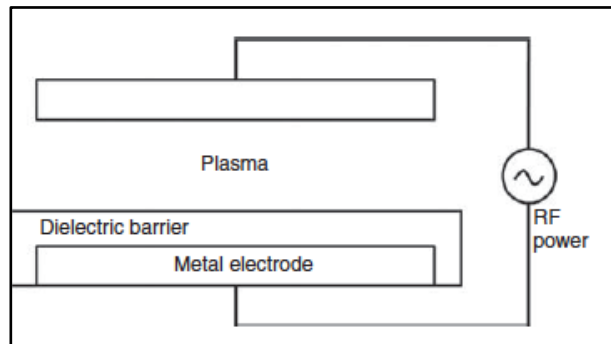
Plazmanın, atmosferik basınçta ve ortam sıcaklığında üretildiği sistemlerdir. Elektrotlar arasında yüksek potansiyel fark oluşturulmasını takiben, bu elektrotlar arasına atmosferik basınçta gaz gönderilir. Düşük basınç plazma sistemlerinin aksine, burada oluşturulan plazma heterojen yapıdadır.¹⁴¹ Yine düşük basınç sistemlerinden farklı olarak, herhangi bir vakum haznesi veya ekipmanına gerek duyulmaz ve bu nedenle daha ekonomik sistemlerdir; ancak dış ortamdaki basıncın farklı olması sebebiyle iyonlaşma zor olduğundan, daha yüksek voltaj kullanımı gerekmektedir.¹⁴⁰

Düşük basınç plazma sistemlerinin çeşitli vakum ekipmanları gerektirmesi ve bu nedenle pahalı olması, kesikli sistemler olduklarından zaman kaybı yaratması gibi dezavantajları, atmosferik basınçta çalışan; ancak düşük basınç plazması özelliklerine sahip farklı plazma kaynaklarının araştırılması gereksinimini ortaya çıkarmıştır. Korona boşalım plazması, dielektrik bariyer boşalım (DBD) plazması, plazma jeti, ısıltılı boşalım plazması, ark boşalım plazması ve radyo frekansı plazmaları, atmosferik basınçta çalışan sistemlerdir. Bu çalışma kapsamında kullanılacak olan sistem ise, DBD plazmasıdır.

Dielektrik Bariyer Boşalım (DBD) Plazması

Boşalım alanında elektrik akımını durdurup kıvılcım oluşumunu önleyen dielektrik bariyerlerin kullanılması esasına dayanır. Çalışma frekansı 0,05 ve 500 kHz gibi oldukça düşük değerlerde olduğundan, “sessiz boşalım” olarak da adlandırılır.¹⁴²

Bu sistemde, atmosferik basınç altında, düşük sıcaklıkta gaz kullanılan, termodinamik olarak denge halinde olmayan plazma oluşumu söz konusudur. Dielektrik bariyer deşarjı kaynağı, Şekil 6’da görüldüğü gibi, iki paralel plakalı metal elektrottan oluşmaktadır. Bu elektrotlardan biri veya her ikisi dielektrik materyal ile kaplıdır.¹⁴³ Dielektrik materyaller, elektriksel izolatörlerdir ve cam, seramik, Perspex (transparan akrilik plastiğin ticari ismi) bu materyallere örnektir.¹³⁰ Denge halinde olmayan atmosferik basınç plazması oluşturmanın en basit yolu, iki elektrot üzerinde



veya arasında bir ya da daha fazla yalıtıcı tabaka bulunmasıdır.¹⁴⁴

Şekil 6 Dielektrik bariyer deşarjı¹

DBD plazmalar endüstride oldukça geniş bir kullanım alanına sahiptir; çünkü atmosferik basınçta, denge dışı şartlarda, ilave güç ünitesine ihtiyaç duyulmadan, yüksek güçlerde çalışabilme olanağı sağlarlar.¹⁴² Ozon sentezi, elektrik presipitasyonu, yüzey işlemleri, tabaka depozisyonu, plazma ekran panelleri ve hava kirliliği kontrolü kullanım alanlarından bazılarıdır.^{143, 145, 146} Son zamanlarda biyoloji alanında da kullanımı yaygınlaşmıştır ve özellikle medikal alanda bakterilerin yok edilmesi amacıyla sıkça kullanılmaktadır.¹⁴⁷

2.7.4. Plazma teknolojisinin biyomedikal ve tıp alanında kullanımı

Termal plazmalar, sahip oldukları yüksek sıcaklık ve enerji sayesinde, doku kaldırılması ve koterizasyonunda kullanılmaktadır.¹⁴⁸

Son yıllarda ise, ısısal olmayan plazmaların bu alanda kullanımı ilgi çekmektedir. Biyomateryallerin yüzey işlemleri için, termal ya da elektriksel bir zarar vermeyen atmosferik soğuk plazmaların kullanılabilceği bildirilmiştir.¹⁴⁹

Yara iyileşmesi ve doku rejenerasyonunda plazma kullanımı ile ilgili de çalışmalar mevcuttur ve yaralı dokuya uygulanan plazmanın, erken pıhtı oluşumuna katkı sağladığı gösterilmiştir.^{150, 151} Bunun yanı sıra, plazmanın antimikrobiyal etkinliği¹⁵² ve doku sterilizasyonuna¹⁵³ etkisini gösteren çalışmalar da bulunmaktadır.

Yapılan diğer çalışmalarda, soğuk plazmaların nekroza yol açmadan hücre adezyonuna katkıda bulunduğu¹⁵⁴ ve hücre diferansiyasyonunda etkili olduğu¹⁵⁵ da gösterilmiştir.

2.7.5. Plazma teknolojisinin diş hekimliğinde kullanımı

Plazma teknolojisinin diş hekimliğinde kullanımı da yaygınlaşmaya başlamıştır. Bununla ilgili çalışmalar şu şekilde özetlenebilir:

Dentin: Plazma uygulamaları, uygulandığı yüzeyin özelliklerini değiştirmeden, sadece karakteristiğini modifiye ettiği için, dental adezyona katkısı yönünden incelenmek istenen bir konudur ve diş yüzeyine adezyon için yeni bir mekanizma olma potansiyeli taşımaktadır.¹³⁸ Yapılan bir çalışmada, “plazma brush” olarak adlandırılan soğuk plazma jet cihazı, kompozit rezinin dentine adezyonu için dentin

yüzeyine uygulanmış ve periferel dentine mikrotensile bağlanma dayanımının, plazma uygulamasını takip eden 30 s içinde anlamlı ölçüde arttığı gözlenmiştir. Plazma uygulanan dentin yüzeyinde, kollajen fiberlerin fonksiyonel gruplarının sayısında da artış izlenmiştir.¹⁵⁶

Diş çürüklerinin tedavisi: Çürüklerin tedavisinde, enfekte olan dokuların döner aletlerle kaldırılması, ses ve vibrasyon gibi dezavantajları yönünden hasta ve hekim için rahatsız edicidir. Diş çürüklerinin uzaklaştırılması için soğuk plazma uygulanan bir çalışmada, diş pulpasının sıcaklık artışı değerlendirilmiştir.¹⁵⁷ Plazma iğnesi kullanılarak yapılan uygulamanın, bakteri dekontaminasyonunu sağlayan radikaller açığa çıkardığı ve mine yüzeyinde yapılan uygulamada, pulpal ısının 2.3 °C arttığı gözlenmiştir.

Bunun yanın sıra, soğuk plazma uygulamasının *Streptococcus mutans* ve *Lactobacillus acidophilus* üzerinde bakterisidal etkisini araştıran bir çalışma da, plazma uygulamasının diş çürüklerinin önlenmesi ve tedavisinde rol oynayabileceğini göstermiştir.¹⁵⁸

Diş beyazlatması: Diş beyazlatmada kullanılan hidrojen peroksitin etkisini artırmayı sağlayan soğuk, atmosferik basınçta, helyum (He) plazma jet cihazı geliştirilmiş ve hidrojen peroksitle birlikte uygulandığı durumlarda, diş yüzeyinden daha fazla protein uzaklaştırdığı ve OH⁻ üretimini artırdığı görülmüştür.¹³⁶ Başka bir çalışmada ise, hidrojen peroksitle birlikte farklı güçlerde soğuk plazma uygulamalarının, minenin yüzey morfolojisi ve mikrosertliğini etkilemeden, beyazlatma etkinliğini artırdığı gözlenmiştir.¹⁵⁹

Endodontik tedavi: Plazma dental sondunun geliştirilip uygulandığı bir çalışmada, çekilmiş dişlerin kök kanallarında plazmanın etkisi araştırılmış ve 5 dk boyunca plazma uygulaması boyunca, sıcaklığın 35°C üzerine çıkmadığı; ancak plazmanın etkisinin sadece 1 mm derinlikte sınırlı kaldığı görülmüştür.^{137, 160}

Titanyum yüzey modifikasyonları: Materyallerin plazma alevi ile eritilip malzeme üzerine püskürtülmesi şeklinde uygulanan plazma sprey kaplama yöntemi, implantlar üzerinde pürüzlü yüzey oluşturmak için yapılan ilk denemedir. Bu işlemde termal plazma kullanılmaktadır.^{161, 162} Soğuk plazma ile yapılan titanyum yüzey modifikasyonu ise, implantların yüzey enerjisini arttırarak, biyomekanik fiksasyonun

ve kemik formasyonunun sağlanmasına katkı sağlamaktadır. Bu uygulama ile implant yüzeyleri çeşitli protein ve mineraller ile kaplanmakta ve bu da osseointegrasyonu artırmaktadır.¹⁶³

Protez kaidesinin fabrikasyonu ve tamiri: Protez kaidesinin tamirinde kullanılan, kendi kendine polimerize olan akrilik rezinlerin, ısıyla sertleşen akrilik rezinle hazırlanan kaideye bağlanmasının zayıf olduğu bilinmektedir. Yapılan bir çalışmada, bu bağlantıyı geliştirmek için plazma uygulanmış, kontrol grubu ve adeziv primer uygulanan gruba göre bağlanma dayanımının anlamlı olarak arttığı gözlenmiştir.¹⁶⁴ Kendi kendine ve ısı ile polimerize olan akrilik rezinler arasındaki bağlanmanın uzun dönem güvenilirliği hakkında yapılan başka bir çalışmada, örneklerin 100 gün suda bekletildiği grupta anlamlı bir fark görülmezken, plazma uygulanan grupta en yüksek bağlanma dayanımı değerleri gözlenmiştir. Taramalı elektron mikroskopu görüntülerinde, plazma uygulanan bağlanma yüzeyinde hiçbir morfolojik değişiklik gözlenmemiştir.¹⁶⁵

Fiberle güçlendirilmiş kompozit (FRC) postlar: Estetik restorasyonlarda sık kullanılan FRC postların, kompozit rezinle güvenilir adezyon sağlaması önemlidir ve “monoblok” adı verilen durumun sağlanması için şarttır. FRC postların polimerize ve yüksek oranda çapraz bağlar içeren matriksi, rezin kompozit kor materyallerine veya rezin simanlara etkili bir şekilde adezyon sağlanmasını olumsuz yönde etkilemektedir. Bu sorunun çözülebilmesi için, FRC postların yüzeyine genellikle silan kaplama ajanları uygulanmaktadır.¹⁶⁶

FRC postlar ile kompozit rezin arasındaki adezyonu artırmada plazma uygulamalarını inceleyen çalışmalar mevcuttur. Bunlardan birinde, metakrilat ve epoksi rezin içerikli FRC postlara, oksijen, argon, nitrojen ve helyum-nitrojen karışımı plazma uygulamaları 10 dk süreyle gerçekleştirilmiştir. Sonuç olarak, oksijen plazma uygulanmış epoksi rezin içerikli FRC post harici tüm gruplarda, kompozit rezine bağlanmanın anlamlı ölçüde arttığı gözlenmiştir.¹⁶⁷

Başka bir çalışmada ise, epoksi rezin içerikli FRC post ile rezin siman arasındaki bağlanmaya plazmanın etkisi incelenmiştir. 5 dk boyunca argon plazma veya %99 etilendiamin plazma (EDA) ile muamele edilen gruplardan EDA grubunda adezyonun arttığı gözlenmiştir.¹⁶⁸

Seramikler: Cam seramiklerin rezin simantasyonunda bağlanmayı artırmak için, seramik yüzeyine hidrofilik asit ve ardından silan kaplama ajanı uygulaması yapılmaktadır; ancak hidroflorik asitin toksik özellikleri ve siloksan bağlantının zamanla bozulması sorun oluşturmaktadır.¹³⁰

Plazma polimer kaplamasının, kompozit rezin ile feldspatik porselen arasındaki bağlanmaya etkisi üzerine yapılan bir çalışmada, bir gruba He gazı içinde TEGDMA plazma 1 dakika boyunca uygulanmıştır. Bu gruptaki örneklerin makaslama bağlanma dayanımları, hidrofilik asidi takiben silan uygulanan pozitif kontrol grubu ile karşılaştırıldığında daha düşük bulunmuş; ancak yine de plazma uygulamalarının, dental materyallerin adezyonunu artırma potansiyeli olduğu belirtilmiştir.¹⁶⁹

Bir başka çalışmada, seramik yüzeyine atmosferik basınçta plazma uygulanmış ve seramik yüzeyinde karboksil gruplarının ortaya çıktığı, yüzey hidrofilitesinin arttığı gözlenmiştir. Böylece plazma uygulamasının adezyona katkıda bulunduğu belirtilmiştir.¹⁷⁰

Zirkonya ve alümina seramikler cam faz içermediğinden, kompozit rezinlerle adezyonu oldukça zordur. Bazı çalışmalarda, zirkonya ve alümina seramiklere plazma uygulamasının rezin simanlarla bağlantısını artırdığı gösterilmiştir. Hekzametildisiloksan (HMDSO) monomeri kullanılarak yapılan plazma depozisyonu, ticari olarak alınabilen radyofrekans plazma cihazı ile uygulanmış; ancak SEM ile yapılan incelemelerde, örnek yüzeylerinde hiç HMDSO monomeri saptanmamıştır. Bir sınırlayıcı faktör olarak bu çalışmalarda, kumlama veya tribokimyasal kaplama gibi konvansiyonel yüzey uygulamaları yer almamıştır.¹⁷¹

Yapılan bir çalışmada, zirkonya yüzeyinde ince bir oksiflorid tabaka oluşturulmuş, bu yüzey organo-silan ile reaksiyon göstererek rezin simanla bağlantıyı artırmıştır. Plazma uygulamasından önce yüzeyin pürüzlendirilmesinden bağımsız olarak, florlanmış örnek yüzeyleri, diğer gruplara göre daha yüksek makaslama bağlanma dayanımı göstermiştir.¹⁷²

YTZP yüzeyine soğuk plazma uygulamasının değerlendirildiği bir çalışmada, plazmanın tek başına veya seramik primer uygulaması ve/veya Al₂O₃ ile kumlama ile kombine bir şekilde uygulanmasının, mikro gerilim bağlanma dayanımını anlamlı derecede artırdığı belirtilmiştir.¹⁷³

Plazma uygulaması, polikristalin seramikler ve rezin kompozitler arasındaki adezyonu destekleyici bir yöntemdir; ancak bu konu hakkında literatürde daha fazla çalışmaya gerek duyulmaktadır.

2.8. Yüzey Karakterizasyon Yöntemleri

2.8.1. Temas açısı ölçümü

Temas açısı, adherent yüzey üzerine damlatılan likit yapının oluşturduğu küreye, katı yüzeyle birleşim yerinden çizilen teğetin bu yüzey ile yaptığı açıdır. Bu açı, yüzey yükü, yüzeyin hidrofilitate ya da hidrofobitesi ve yüzey enerjisi hakkında bilgi verir, iç ve dış açı olarak ölçülebilir. Temas açısı ölçümü, yüzey üzerine su damlatıldıktan sonra oluşan açının profil fotoğrafı çekilerek, bu fotoğrafın bilgisayar analizinin yapılması ile gerçekleştirilir.¹⁷⁴

Bir sıvının, katı bir yüzey üzerinde yayılması ve yüzeyi belli oranda örtmesi “ıslatma”, katı yüzeyin bu sıvı tarafından belli ölçüde kaplanması “ıslanma”, bu olayın gerçekleşme derecesi ise “ıslatabilirlik” ya da “ıslanabilirlik” olarak tanımlanabilir. Katı yüzeyin sıvı ile yaptığı temas açısı küçüldükçe, sıvının yüzeyi ıslatabilirliği artmış olur ve bu durumda, yüzeyin hidrofilik özelliğinin yüksek olduğu söylenebilir. Hidrofilik olarak nitelendirilen materyallerin su ile yapmış olduğu temas açısı 90°’den küçük iken, hidrofobik materyallerde bu açı 90°’den büyüktür.¹⁷⁴

Homojen ve stabil bir rezin siman bağlantısının oluşması, seramik yüzeyinin ıslanabilirliği ile doğrudan ilişkilidir.^{175, 176} İdeal ıslanabilirlik için, seramik yüzeyinin yüzey enerjisi, likit adezivinkinden yüksek ve yüzeyin adeziv ile yaptığı temas açısı düşük olmalıdır. Bu nedenle temas açısı ölçümleri, ara yüzeydeki gerilim ve yüzey ıslanabilirliğini değerlendirmek için önemlidir.¹⁷⁷

2.8.2. Yüzey pürüzlülüğü ölçümü

Yüzey pürüzlülüğü, malzemenin elde edilmesi sırasında oluşan ya da kendi özelliklerine bağlı olan yüzey yapısındaki düzensizliklerdir. Yüzeylerin pürüzlülüğünü açıklamak adına Ra, Rz, Rpm ve Rpm: Rz oranı gibi parametreler kullanılmaktadır.¹⁷⁸

Ra (Roughness average) parametresi, ortalama yüzey pürüzlülüğünü ifade etmekte ve belirli bir ölçüm mesafesinde, tüm pürüzlülük mesafesinin uzaklığı merkez çizgisine göre ölçülüp aritmetik ortalaması alınarak hesaplanmaktadır. Yüzey

pürüzlülüğünün ifadesi için en sık kullanılan ve kabul görmüş parametre Ra parametresidir. Rz parametresi, yüzeydeki en sivri tepelerin ortalaması olarak tanımlanmaktadır ve birbirini izleyen beş tane en yüksek, beş tane en alçak noktanın ortalamasıdır. Rpm parametresi, yüzeydeki en derin noktaların ortalamasını ifade etmektedir. Rpm ve Rpm:Rz, profil şekli konusunda bilgi veren parametrelerdir.^{178, 179}

Profilometre Analizleri

Materyalin yüzey pürüzlülüğünün iki boyutlu ölçümü ve nicel olarak değerlendirilmesi için kullanılan yüzey analiz yöntemlerinden biridir. Cihazın elmas taramalı ucu yüzey üzerinde gezinirken, yüzey pürüzlülüğü dijital olarak hesaplanarak mikrometre cinsinden kaydedilir.¹⁸⁰ Profilometre cihazları, yüzey pürüzlülüğü değerlerini rakamsal olarak verebilen, kullanımı kolay ve dental materyallerin yüzey pürüzlülük ölçümleri için sıkça tercih edilen cihazlardır.^{178, 179}

Mikroskopik Değerlendirme Yöntemleri

Yüzey pürüzlülüğünün mikroskopik değerlendirilmesinde kullanılan yöntemler, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve atomik kuvvet mikroskobu (AFM) analizleridir.

SEM analizi, yüksek voltaj ile hızlandırılan elektron demeti ile örnek yüzeyinin taranması prensibine dayanan bir yüzey analiz yöntemidir. Elektronlar, örnek yüzeyindeki atomlarla etkileşerek, yüzeydeki topografi ve kompozisyon hakkında bilgi taşıyan sinyalleri üretir.¹⁸¹ SEM’de temel prensip, örnek yüzeyinin dar ve giderek artan primer bir elektron demeti gönderilerek taranmasıdır. Görüntü elde edilmesinde, gönderilen elektron demeti tarafından uyarılan atomların yaydığı ikincil elektronlardan yararlanır. Yayılan bu elektronların algılanarak görüntü olarak kaydedilmesi ile yüzey topografisi, yüzey bileşenleri ve yapısı hakkında bilgi edinilebilir.¹⁸¹

AFM ise, yüzey topografisini nanometre (nm) düzeyinde belirleyebilen, yüzeyin üç boyutlu görüntüsünü elde etmede kullanılan, yüzey pürüzlülüğü parametrelerini rakamsal olarak verebilen bir sistemdir. En önemli avantajı, örneklerin özel olarak hazırlanmasına ihtiyaç duyulmaması iken, ölçüm yapılan alanın küçüklüğüne bağlı olarak ölçmede tekrarlanabilirliğin yapılamaması ve pahalı bir sistem olması ise en önemli dezavantajlarıdır.^{182, 183}

2.8.3. Yüzeylerin kimyasal analizi

Yüzeylerin kimyasal olarak analizinde kullanılan yöntemler, X-ışını fotoelektron spektroskopisi, enerji dağılımlı x-ışını spektroskopisi ve Fourier dönüşüm kızılötesi spektroskopisidir.

X-ışını fotoelektron spektroskopisi (X-ray photoelectron spectroscopy- XPS)

Katı materyallerin yüzeyinde bulunan atomların kimyasal durumları ile ilgili bilgi elde etmek için kullanılan en uygun yüzey analiz yöntemlerinden biridir. Kimyasal analiz için elektron spektroskopisi (electron spectroscopy for chemical analysis-ESCA) olarak da bilinir. Yöntem, yüzeydeki atom ya da moleküllerin bir x ışını demeti ile uyarılarak fotoelektronların saçılması ve saçılan bu elektronların kinetik enerjilerinin ölçülmesi prensibine dayanır. Bu yöntemle, 10-20 nm derinliğe kadar yüzey analizi yapılabilirken, tekniğin hassasiyetinin artırılması için yüzeye gelen x ışınlarının açısı değiştirilerek de ölçüm yapılabilir. Her bir elementteki her bir elektron için farklı bağlanma değerleri söz konusu olduğundan, yalnızca o elementin belirlenmesi için kullanılabilir. Böylece, bağlanma enerjisi ölçülerek, maddede bulunan belli elementler hakkında fikir edinilebilir.

Saçılan elektronların yüzeye bağlanma enerjisi ($BE = h\nu - KE - \Phi$) denklemi ile hesaplanır. BE: elektronların bağlanma enerjisi, KE: elektronların kinetik enerjisi, $h\nu$: X ışınlarının enerjisi, Φ : yüzeyden bir elektron uzaklaştırabilmek için gereken minimum enerji miktarıdır.¹⁸⁴

Enerji dağılımlı x-ışını spektroskopisi (Energy dispersive x-ray spectroscopy- EDS, EDX, EDAX, EDXA)

Genellikle SEM ile beraber kullanılan bu yöntem, örnek yüzeylerindeki element içeriğinin belirlenmesini sağlamaktadır. Örnek yüzeyine, SEM'in elektron demetleri gönderilmekte ve yüzeydeki elektronların bir kısmı kopmaktadır. Kopan bu elektronlar atom çekirdeğine yakın bir yörüngeden koparılmışsa, atomlar dış yörüngelerindeki elektronlar ile bu boşluğu doldurmaktadır ve dış yörüngelerdeki elektronların enerjileri daha yüksek olduğundan, bir miktar enerji açığa çıkmaktadır. Bu enerji x-ışını şeklinde açığa çıkmakta ve X-ışınlarının sayısı ölçülerek, örnek yüzeyindeki elementler nicel ve nitel olarak belirlenebilmektedir.¹⁸⁵

Fourier dönüşüm kızılötesi spektroskopisi (Fourier transform infrared spectroscopy-FTIR)

FTIR spektrum cihazı organik bileşiklerin tanımlanmasında kullanılır. Düşük enerjili kızılötesi (IR) ışınların kullanımı ve kullanılan ayna sisteminin çalışma prensibi ile spektrum alınabilmektedir. Aynanın sabit hızda hareket etmesi ve herhangi bir andaki pozisyonunun bilinmesi, uygun bir spektrum elde etmek için gereklidir. Fourier matematiksel dönüşümleri kullanılarak analiz yapılan bu cihazda, cam pencereden gönderilen Helyum-Neon (He-Ne) lazer ışını ayna sisteminde yansıtılır ve örnek üzerinden geçirilir. Daha sonra, örnekten geçen ışın ayna sisteminde tekrar dedektöre yansıtılır ve görüntü elde edilir.¹⁸⁶

2.9. Bağlanma Dayanımı

Bağlanma dayanımı, bağlanma düzeneğini adeziv/bağlanan arayüzünün içinde veya yakınında kırmak için gereken birim alana düşen kuvvettir.

2.9.1. Bağlanma dayanımı tespitinde kullanılan test yöntemleri

Adeziv dış hekimliğindeki gelişmelerle beraber kullanıma sunulan ürünlerin uygunluğunu değerlendirebilmek için maliyeti yüksek, standardizasyonu zor ve uzun zaman gerektiren in vivo testler yerine; hızlı sonuç veren, parametreleri değiştirilebilen ve sonuçları kıyaslanabilen in vitro testlerin kullanımı, bağlanma dayanımının belirlenmesinde daha çok tercih edilir hale gelmiştir.¹⁸⁷ Bağlanma dayanımı testi “adezyon kaybı testi” olarak da isimlendirilebilir.¹⁸⁸ Bağlanma dayanımı ölçümünde kullanılan yöntemler:

- Makaslama (shear) testi
- Gerilme/Çekme (tensile) testi
- Tek düzlem makaslama (single plane shear) testi
- Mikro makaslama (mikro-shear) testi
- Makaslama delme (shear punch) testi
- Mikro makaslama.delme (micro shear punch) testi
- Oblik gerilme (oblique-tensile) testi
- Mikro gerilme (micro-tensile) testi şeklinde sıralanabilir.¹⁸⁹

En sık kullanılan test metotları ise makaslama (kesme, shear), çekme (gerilme, tensile) ve mikro-çekme (micro-tensile)'dir.^{190, 191}

-Makaslama, kesme (shear) testi: Bağlanma dayanımını değerlendirmede yaygın olarak kullanılan bu yöntemde, adeziv bir ajan ile birbirine bağlanan farklı iki materyal arasındaki bağlantıda ayrılma oluşana kadar, 0,45-1,05 mm/dk hızla makaslama kuvveti uygulanır. Uygulanan en yüksek kuvvetin bağlantı yüzey alanına bölünmesi ile birim alana düşen makaslama direnci elde edilir. Birimleri pound/inch², kg/cm² veya N/mm² (Megapaskal [MPa]) şeklinde ifade edilebilir.^{192, 193}

Bu testte uygulanan kuvvetin belirtilen değerlerden yüksek olması durumunda, bağlanma yüzeylerinde homojen olmayan, anormal stresler oluşabilir ve bu durum genellikle koheziv kırıkların oluşmasına yol açar.^{194, 195} Bunun sonucunda, beklenenden daha düşük değerler elde edilmesi, sonuçların yanlış değerlendirilmesi gibi problemler ortaya çıkabilir.¹⁹² Bununla birlikte, oldukça kolay uygulanan, standardize edilebilen ve hızlı bir yöntem olduğundan, literatürde bağlama dayanımı ölçümü için en çok kullanılan yöntem olduğu bildirilmiştir.^{190, 191, 193}

-Çekme (tensile) testi: Bağlanan iki materyalin, birbirinden ayrılıncaya dek, tek eksen ve yüzeye dik olarak uygulanan çekme kuvvetine maruz bırakıldığı testtir.¹⁸⁸ Bağlantının kırıldığı andaki kuvvetin, bağlanma yüzey alanına bölünmesi ile çekme bağlanma dayanım değeri elde edilmiş olur.^{196, 197} Bu metotta dikkat edilmesi gereken nokta, gerek test, gerekse örneklerin yapıştırılması sırasında düzgün olmayan bir arayüz geometrisi oluşturabilecek stres konsantrasyonlarını önlemek için test aparatının hizasının korunmasıdır.¹⁸⁸

Diş hekimliğinde kullanılan birçok simantasyon materyali kırılğan ve çekme kuvvetlerine karşı zayıftır.¹⁰ Test sırasında uygulanan kuvvetin, örnekler üzerinde rotasyonel ya da bükücü kuvvetler oluşturmaması gerektiği ve bunun için uygun olan standart çekme hızının 0,75±0,30 mm/dk olduğu International Organization for Standardization (ISO) standartlarında bildirilmiştir.¹⁹⁸

-Mikro-çekme (micro-tensile) testi: Asıl örnekten elde edilen, yüzey alanı 1 mm² olan mikrobarlar iki ucundan bir tablaya yapıştırılır ve kopma gerçekleşene kadar 1 mm/dk hızla çekme kuvveti uygulanır. Uygulanan en yüksek kuvvetin, mikrobarların yüzey alanına bölünmesi ile birim alana düşen gerilim direnci elde edilmektedir.¹⁹⁹ Bağlantı yüzey alanı yaklaşık 1 mm² olduğundan, yükleme esnasında bağlantı yüzeyinde daha homojen stres dağılımları oluşur.^{200, 201} Bu da diğer test

yöntemlerine kıyasla, daha doğru sonuçlar elde edilmesini sağlar. Ancak, tekniğin hassasiyet ve özel ekipman gerektirmesi, örneklerin hazırlanmasının zor olması, 5 MPa'dan küçük değerlerin ölçümünün zor olması gibi dezavantajları bulunmaktadır.^{200, 201}

2.9.2. Kopma tiplerinin değerlendirilmesi

Bağlanma dayanımı testlerini takiben, SEM ya da stereomikroskop ile bağlanma yüzeylerinin incelenmesi sonucu rezin siman ile seramik ara yüzeyindeki kopma tipinin belirlenmesi, kullanılan seramik ve adeziv rezin simanın klinik performansı hakkında fikir veren önemli bir analizdir.²⁰²⁻²⁰⁴ Koheziv tip kopma gerçekleşen durumlarda, seramik yüzeyi ile rezin siman arasındaki bağlantı, seramiğin veya rezin simanın kendi içindeki bağlantıdan daha güçlüdür.²⁰² Adeziv tip kopmalar düşük bağlanma dayanımı değerlerine işaret ettiğinden, klinik açıdan miks ve koheziv başarısızlık tipleri tercih edilmektedir.¹¹⁹

2.10. Termal Siklus

Dental materyallerle ilgili çalışmaların birçoğu in-vitro olarak yapılmaktadır. Bu çalışmalarda, restorasyon ile diş arasındaki bağlantının dayanıklılığı ve bağlayıcı sistemlerin ağız içindeki durumunu taklit etmek ve bu sistemlerin davranışları ile ilgili tahminde bulunabilmek için bazı yapay yaşlandırma yöntemleri kullanılmaktadır. Bunlar: termal siklus, suda bekletme, yük uygulaması, eskitme cihazında bekletme yöntemleridir.^{205, 206}

Restorasyonlar ağız içinde sıcaklık değişimlerine maruz kalmaktadır. Bu değişimin 0 °C ile 60-65 °C arasında olduğu belirtilmiştir. Termal siklus cihazında örnekler, belirli zaman aralıkları ile 0 °C ile 60 °C arasında iki su banyosuna daldırılmakta ve bir süre bu sıcaklıklarda bekletilmektedir.²⁰⁷

Termal siklus ile yaşlandırma etkisi iki şekilde oluşturulabilmektedir. Sıcak su bağlanma ara yüzündeki bileşenlerin hidrolizini, suyun alınımını, parçalanma ürünlerinin ve zayıf polimerize rezin oligomerlerin açığa çıkmasını hızlandırmaktadır.^{208, 209} İkinci mekanizma ise restorasyon materyalinin termal büzülme/genleşme katsayısının, diş dokusuna göre yüksek olmasından kaynaklanmaktadır ve diş-biyomateryal arayüzünde tekrarlanan büzülme/genleşme

streslerine neden olmaktadır. Bu streslerin, bağlanma ara yüzeyinde çatlak oluşumu ve ağız sıvılarının bu çatlaklar içerisine sızması gibi sonuçları söz konusudur.²¹⁰

ISO/TS 11405 (2003)'e göre, termal siklusun, örneklerin 500 kez, sıcaklığı 5° ve 55 °C olan su banyoları içerisine daldırılması şeklinde yapılması, in vitro yaşlandırma için uygun bir yöntemdir.¹⁹⁸ Literatürde, 10.000 termal siklusun yaklaşık 1 yıllık ağız içi fonksiyona eşdeğer olduğu belirtilmiştir.²¹⁰



3. GEREÇ VE YÖNTEM

Zirkonya seramik yüzeylerine kumlama, primer ve soğuk plazma yüzey hazırlık işlemlerinin ayrı ayrı ve kombine olarak uygulanmasını takiben, adeziv rezin simanın bağlanma dayanımlarının karşılaştırıldığı bu çalışmada kullanılan materyaller, kimyasal içerikleri ve üretici firma detayları Tablo 1’de verilmiştir.

Tablo 1 Çalışmada kullanılan materyaller

Çalışmada kullanılan materyaller	Kimyasal içerik	Marka	Üretici Firma
Yttrium ile stabilize zirkonyum oksit içerikli seramik	ZrO ₂ +HfO ₂ +Y ₂ O ₃ ≥ % 99 Y ₂ O ₃ % 4,5-6 HfO ₂ < % 5 Al ₂ O ₃ < % 0,5 Fe ₂ O ₃ <% 0,3	Cerec inCoris ZI	Sirona Dental, Bensheim, Almanya
Kimyasal ve ışıkla polimerize olan (dual-cure) rezin siman	<u>A pastası:</u> 10-MDP, dimetakrilatlar, silanlanmış silika, kimyasal ve fotoinitiatörler <u>B pastası:</u> Dimetakrilatlar, sodyum aromatik sülfonat, hızlandırıcı, sodyum florid, silanlanmış baryum cam	Panavia F 2.0 LIGHT	Kuraray Noritake Dental Inc, Osaka, Japonya
Seramik Primer	MDP, 3-MPS, etanol	Clearfil Ceramic Primer Plus	Kuraray Noritake Dental Inc, Osaka, Japonya
Oksijen bloke edici jel	Polietilen glikol/gliserin/sodyum benzen sülfonat	Oxyguard	Kuraray Noritake Dental Inc, Osaka, Japonya
Kompozit rezin	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, BIS-EMA, %55-57 doldurucu	Tetric N- Ceram	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein

110 µm boyutunda Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Korox	Bego, Bremen, Germany
Akrilik rezin	Polimetilmetakrilat Metilmetakrilat	SC Soğuk Akrilik	Imicryl Dental, Konya, Türkiye

Çalışmada kullanılan cihaz, model ve üretici firma bilgileri Tablo 2’de verilmiştir.

Tablo 2 Çalışmada kullanılan cihazlar

Cihaz	Model/ Üretici Firma
Hassas Kesme Cihazı	Isomet 1000 / Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA
Sinterleme fırını	Sirona inCoris HTC Speed / Sirona Bensheim, Almanya
Kumlama Cihazı	Oxyker Duet / Manfredi, İtalya
Termal Siklus Cihazı	Gökçeler Makine, Sivas, Türkiye
Universal Test Cihazı	Model AGS-X 5kN / Shimadzu Corporation, Kyoto, Japonya
Profilometre cihazı	Mitutoyo SurfTest SJ-310, Japonya
Ultrasonik temizleme cihazı	Eurosonic Energy / Euronda, Italy
XPS cihazı	K-Alpha / Thermo scientific, İngiltere

Çalışma aşağıdaki aşamalarda gerçekleştirilmiştir:

- Zirkonyum oksit örneklerin hazırlaması
- Zirkonyum oksit örneklerin sinterlenmesi
- Ön çalışma ile uygun soğuk plazma uygulama süresinin belirlenmesi
- Zirkonyum oksit örneklerin gruplara ayrılması ve yüzey işlemlerinin yapılması
- Yüzey pürüzlülüğü ve temas açısı ölçümlerinin yapılması
- Kompozit örneklerin hazırlanması ve seramik yüzeylerine simante edilmesi
- Termal siklus uygulaması
- Bağlanma dayanımının ölçülmesi
- Stereomikroskop ile kopma tiplerinin belirlenmesi
- Yüzeylerin XPS analizi

- İstatistiksel deęerlendirme

3.1. Zirkonyum Oksit Örneklerin Hazırlaması

Bu alıřmada kullanılan zirkonyum oksit örnekler, 55x19x15 mm boyutlarındaki CEREC In Coris ZI bloklardan (inCoris ZI 55x19 MC XL, Sirona, Bensheim, Almanya) elde edilmiřtir (Resim 1).



Resim 1 Cerec inCoris ZI blok

Örnekler, İzmir Kâtip Çelebi Üniversitesi Diř Hekimlięi Fakültesi Arařtırma Laboratuvarı'nda, dakikada 400 devir yapan, düşük hızlı, su soęutmalı hassas kesme cihazında (Isomet 1000, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA) özel elmas disk kullanılarak, 2,5 mm kalınlığında hazırlanmıřtır.

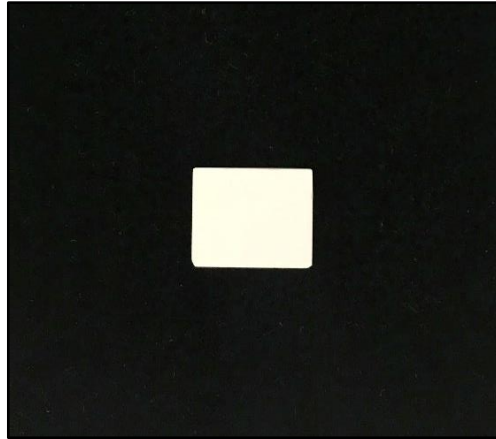
Örneklerin kesilmesi sırasında bloklar metal kısımlarından cihazın metal kavrayıcı parçasına yerleřtirilmiř, sıkıřtırılmıř ve elmas diskin dönme hızı 400 devire ayarlanarak kesme iřlemi yapılmıřtır (Resim 2).



Resim 2 Hassas kesme cihazı

Tüm örnek yüzeylerine, düzgün, pürüzsüz ve standart olmaları için 600, 800, 1000 ve 1200 gridlik silikon karbid zımparalar ile su altında zımparalama işlemi uygulanmıştır.

Resim 3'te kesim işlemi tamamlanmış ve sinterlenmeye hazırlanmış zirkonyum oksit örnek görülmektedir.



Resim 3 Sinterleme öncesi zirkonyum oksit örnek

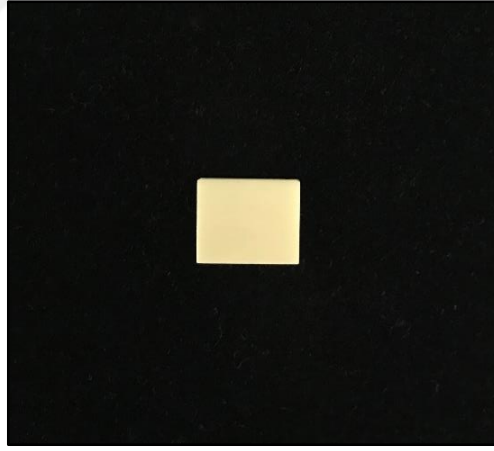
3.2. Zirkonyum Oksit Örneklerin Sinterlenmesi

Örnekler, kenar düzensizlikleri giderildikten sonra, üretici firma talimatları doğrultusunda sinterleme fırınında (Sirona inFire HTC Speed, Sirona, Bensheim, Almanya) (Resim 4) 1500°C de 120 dk sinterlenip 200°C'ye kadar soğutuldu. Bu

işlem toplam 8 saat sürdü. Sinterleme sonrası %20 oranında boyutsal değişiklik gösteren örneklerin son boyutları 2×15×12 mm olarak ölçüldü (Resim 5).



Resim 4 Sirona inCoris HTC speed sinterleme fırını



Resim 5 Sinterlenmiş zirkonyum oksit örnek

3.3 Ön Çalışma ile Uygun Soğuk Plazma Uygulama Süresinin Belirlenmesi

Soğuk plazma uygulamalarında, uygulama sürlerindeki değişimlerin farklı sonuçlara yol açabileceği düşünülerek çalışmamızda hangi uygulama süresinin en uygun olduğuna karar verebilmek adına bir ön çalışma yapılmıştır. Bu ön çalışmada 0, 15, 30, 45, 60, 75, 90 ve 120 sn olmak üzere farklı uygulama süreleri denenmiş ve uygulama sonrası yapılan temas açısı ölçümleri ile yüzey ıslanabilirliği

değerlendirilmiştir. 90 sn uygulama süresine kadar temas açıları gittikçe azalırken, 90 sn'den sonra açı tekrar yükseldiğinden, zirkonya seramik yüzeyi için optimum sürenin 90 sn olduğuna karar verilmiş ve çalışma kapsamındaki tüm plazma uygulamaları 90 sn olarak uygulanmıştır.

3.4. Zirkonyum Oksit Örneklerin Gruplara Ayrılması ve Yüzey İşlemlerinin Yapılması

Tablo 3'te deney gruplarının isimleri, bu gruplarda uygulanan yüzey işlemleri ve örnek sayıları yer almaktadır. Toplamda 310 adet zirkonyum oksit örnek hazırlanarak, rasgele olarak 10 yüzey işlem grubuna ayrılmış ve her bir grupta yer alan 31 örnekten 10 tanesi yüzey pürüzlülüğü ve temas açısı ölçümlerinde, 20 tanesi makaslama bağlanma dayanımı ölçümlerinde ve 1 tanesi ise XPS analizi için kullanılmıştır. Makaslama bağlanma dayanımı ölçümlerinde kullanılan örneklerin yarısına termal siklus uygulaması yapılmıştır.

Tablo 3 Deney gruplarının isimleri, uygulanan yüzey işlemleri ve örnek sayıları

Grup ismi	Yüzey işlemi	Örnek sayısı (n)
Z	Kontrol, yüzey işlemi yok	31
K	Kumlama	31
Pr	Primer	31
KPr	Kumlama+Primer	31
ZP	Soğuk plazma	31
KP	Kumlama+Soğuk plazma	31
PrP	Primer+Soğuk plazma	31
KPrP	Kumlama+Primer+Soğuk plazma	31
PPr	Soğuk plazma+Primer	31
KPPr	Kumlama+Soğuk plazma+Primer	31
TOPLAM		310

3.4.1. Grup Z

Bu gruptaki zirkonyum oksit örnekler üzerinde hiçbir yüzey hazırlığı yapılmamış ve sinterleme işlemi sonrası kontrol grubu olarak bırakılmışlardır. Bu grup, Z ile kodlanmıştır. Sinterleme işlemi tamamlanan örnekler ultrasonik temizleme cihazında (Eurosonic Energy, Euronda, Italy) 15 dk süreyle temizlenmiştir.

3.4.2. Grup K

Bu gruptaki örneklere, kumlama cihazında (Oxyker Duet, Manfredi, İtalya) 50 µm boyutta Al₂O₃ partikülleri ile 2,8 bar basınç altında, 10 mm mesafeden, yüzeye dik bir şekilde 15 sn kumlama yapılmış ve ardından örnekler ultrasonik temizleme cihazında 15 dk süreyle temizlenmiştir. Bu grup, K ile kodlanmıştır (Resim 6).



Resim 6 Oxyker Duet kumlama cihazı

3.4.3. Grup Pr

Bu gruptaki örnekler, sinterleme sonrası ultrasonik temizleme cihazında 15 dk süreyle temizlenmiştir. Yüzey işlemi olarak sadece MDP, 3-MPS ve etanol içerikli primer ajanı Clearfil Ceramic Primer Plus (Kuraray Noritake Dental Inc, Osaka, Japonya) uygulanmış ve bu grup Pr ile kodlanmıştır (Resim 7).



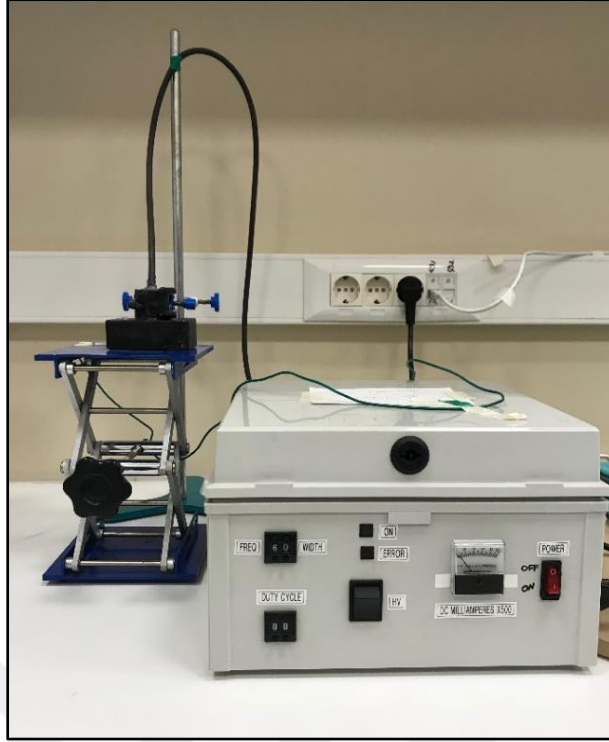
Resim 7 Clearfil ceramic primer plus

3.4.4. Grup KPr

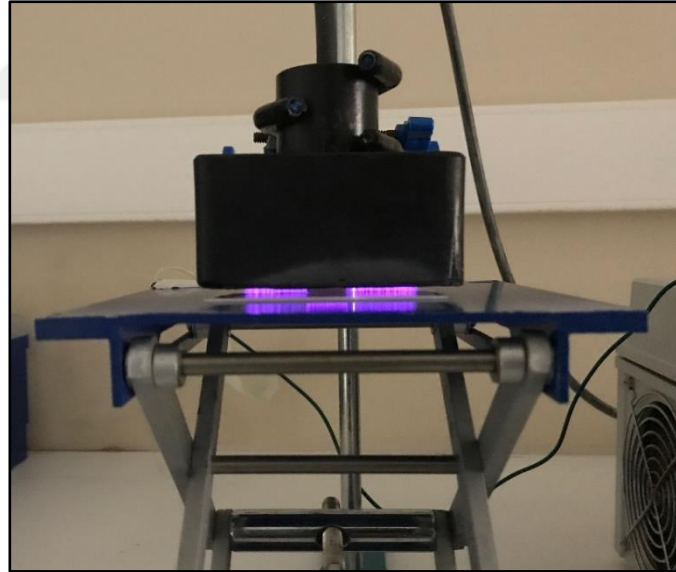
Bu gruptaki örneklere, önce 50 µm boyutta Al₂O₃ partikülleriyle, 2,8 bar basınç altında, 10 mm mesafeden, yüzeye dik bir şekilde 15 sn kumlama yapılmış, ardından örnekler ultrasonik temizleme cihazında 15 dk süreyle temizlenmiş ve primer ajan uygulanmıştır. Bu grup ise KPr ile kodlanmıştır.

3.4.5. Grup ZP

Bu gruptaki örnek yüzeylerine, sinterleme ve ultrasonik temizleme işlemlerinden sonra 90 sn süreyle, AC mikro saniye darbeli güç kaynağı kullanılarak 2.5 kHz frekans, 31,5 kV plazma elektriksel parametrelerinde deşarj aralığı 2 mm' ye sabitlenerek soğuk plazma uygulanmış ve bu grup ZP ile kodlanmıştır. Soğuk plazma cihazı ve kullanımını Resim 8 ve 9'da gösterilmektedir.



Resim 8 Soğuk plazma cihazı



Resim 9 Soğuk plazma uygulaması

3.4.6. Grup KP

Bu gruptaki örneklere ise önce 50 µm boyutta Al₂O₃ partikülleriyle, 2,8 bar basınç altında, 10 mm mesafeden, yüzeye dik bir şekilde 15 sn kumlama yapılmış ve

ultrasonik temizleyicide 15 sn temizlendikten sonra 90 sn soğuk plazma uygulaması yapılmıştır. Bu grup KP ile kodlanmıştır.

3.4.7. Grup PrP

Bu gruptaki örneklere 15 dk ultrasonik temizleme işlemi tamamlandıktan sonra, öncelikle primer ajan, ardından da 90 sn soğuk plazma uygulanmıştır ve PrP ile kodlanmıştır.

3.4.8. Grup KPrP

Bu gruptaki örneklere önce 50 µm boyutta Al₂O₃ partikülleriyle, 2,8 bar basınç altında, 10 mm mesafeden, yüzeye dik bir şekilde 15 sn kumlama işlemi yapılmış ve ardından örnekler 15 dk ultrasonik olarak temizlenmiştir. Daha sonra, yüzeylere primer ajan uygulanmış ve bunu takiben de 90 sn soğuk plazma uygulaması yapılmıştır. Bu grup KPrP ile kodlanmıştır.

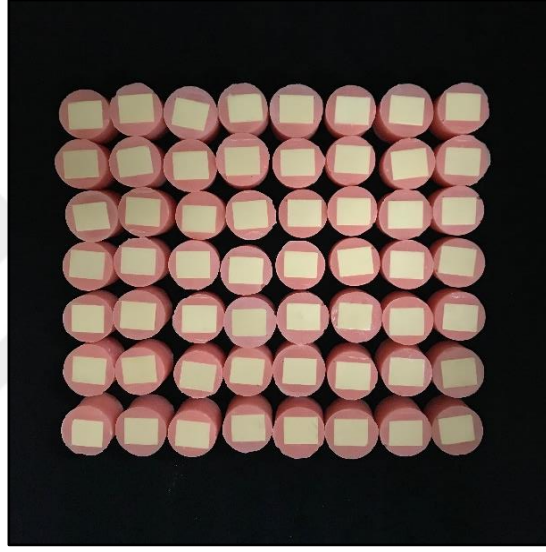
3.4.9. Grup PPr

Bu gruptaki örnek yüzeylerine ultrasonik temizlemeyi takiben 90 sn soğuk plazma uygulaması yapılmış ve ardından primer ajan uygulanmıştır. Bu grup PPr ile kodlanmıştır.

3.4.10. Grup KPPr

Bu gruptaki örnekler ise önce 50 µm boyutta Al₂O₃ partikülleriyle, 2,8 bar basınç altında, 10 mm mesafeden, yüzeye dik bir şekilde 15 sn kumlama ve ardından ultrasonik temizleme işlemlerine; daha sonra ise 90 saniye soğuk plazma uygulamasına tabii tutulmuş ve son olarak yüzeylerine primer ajan uygulanmıştır. Bu grubun kodlaması ise KPPr şeklinde yapılmıştır.

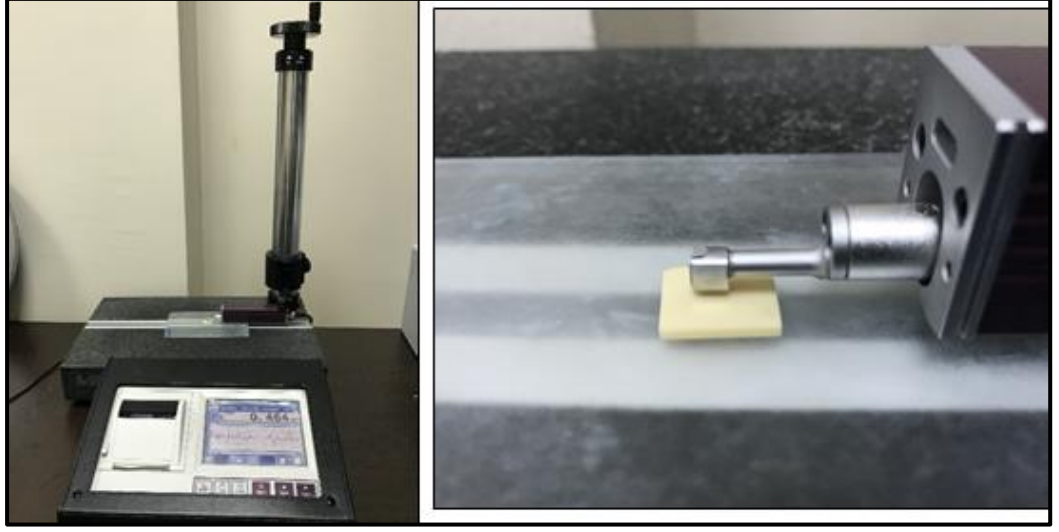
Yüzey işlemleri tamamlanan örnekler, makaslama testi uygulanabilmesi amacıyla, 30 mm yüksekliğinde ve 20 mm çapında silindir şeklindeki kalıplar kullanılarak, otopolimerizan akrilik rezin (SC Soğuk Akrilik, Imicryl Dental, Konya, Türkiye) içerisine gömülmüştür (Resim 10).



Resim 10 Otopolimerizan akrilik rezin içerisine gömülmüş örnekler

3.5. Yüzey İşlemleri Sonrası Örneklerin Yüzey Pürüzlülüklerinin Ölçülmesi

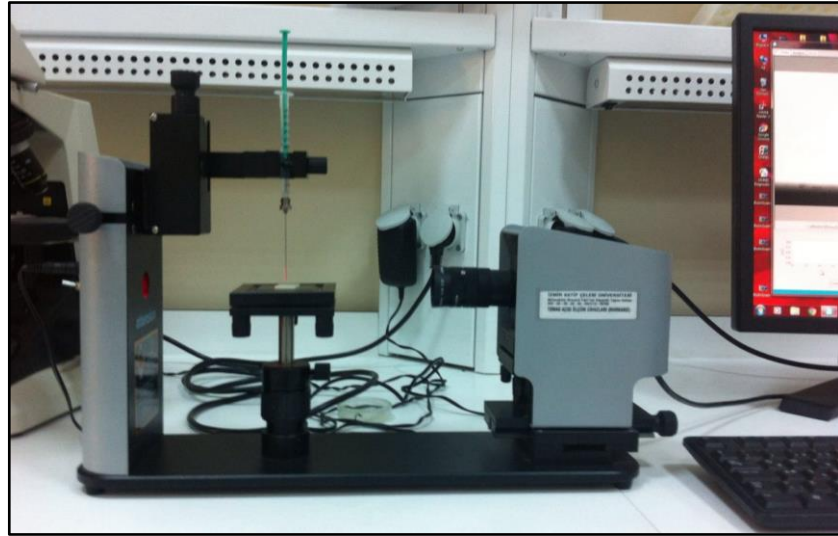
Yüzey işlemleri tamamlanan örneklerin yüzey pürüzlülük ölçümleri, fakültemiz araştırma laboratuvarında bulunan profilometre cihazı (Mitutoyo SurfTest SJ-310, Japonya) ile ölçüm uzunluğu 1,5 mm, prob hızı 0,5 mm/s, cut-off değeri ise 0,25 mm olacak şekilde gerçekleştirildi (Resim 11). Her bir örnek yüzeyinde, 5 farklı bölgeden ölçüm yapılarak Ra değerleri değeri μm cinsinden kaydedildi ve daha sonra bu 5 değerlerin ortalaması alınarak her bir örneğe ait yüzey pürüzlülük değeri belirlendi.



Resim 11 Yüzey pürüzlülük ölçümlerinde kullanılan profilometre cihazı ve ölçüm işlemi

3.6. Temas Açısı Ölçümlerinin Yapılması

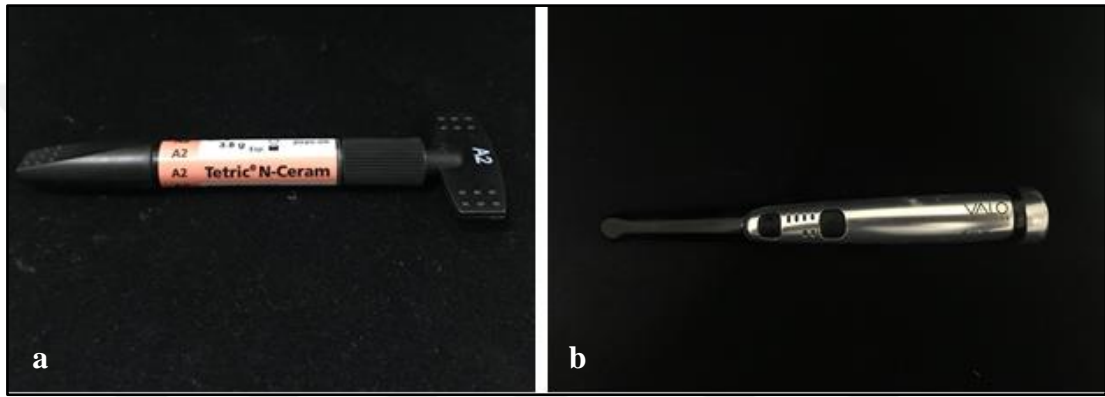
Temas açısı ölçümleri, temas açısı ölçüm cihazı (Theta Lite Optical Tensiometer, Attension, Espoo, Finland) (Resim 12) kullanılarak durgun damla tekniği ile yapılmıştır. Hareketli tabla üzerine yerleştirilmiş örnek üzerine damlatılan 4 μ m distile su damlasının görüntüsü bilgisayara aktarılmış ve sisteme bağlı bir bilgisayar yazılımı ile yüzeye yaptığı açı hesaplanmıştır.



Resim 12 Temas açısı ölçüm cihazı

3.7. Kompozit Örneklerin Hazırlanması

Disk şeklinde kompozit örneklerin hazırlanmasında standardizasyonun sağlanması için, iç çapı ve yüksekliği 4 mm olan, halka şeklinde plastik kalıplar kullanılmıştır. Posterior kompozit (Tetric N-Ceram, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) (Resim 13a), kullanılan plastik halkalar içerisine, içinde hava boşluğu kalmayacak şekilde tepilerek, LED ışıklı polimerizasyon cihazı (Valo, Ultradent, Utah, ABD) (Resim13b) ile polimerize edilmiş ve böylece, 4 mm çap ve yüksekliğinde, 200 adet kompozit silindirik örnek elde edilmiştir.



Resim 13 a) Kompozit materyali

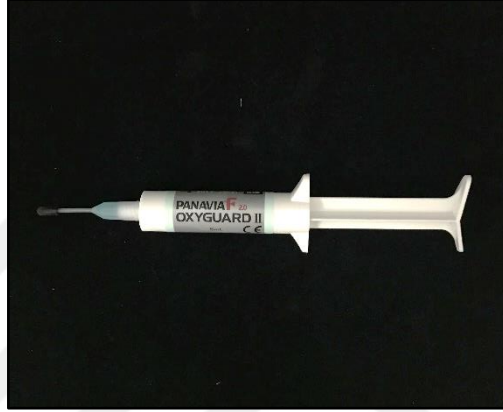
b) LED ışık cihazı

3.8. Simantasyon

4 mm çapında hazırlanan kompozit silindirik örnekler, yüzey işlemleri tamamlanan zirkonyum oksit seramik örnek yüzeylerinin merkezine MDP monomer içerikli Panavia F 2.0 Light (Kuraray Noritake Dental Inc, Osaka, Japonya) rezin siman (Resim 14) kullanılarak simante edildi. Taşan rezin siman artıkları bond fırçası ile temizlendikten sonra, LED ışıklı polimerizasyon cihazı (Valo, Ultradent, Utah, ABD) ile her yönden 40 sn süreyle polimerizasyon gerçekleştirildi. Bunu takiben, simantasyon bölgesine, üretici talimatları doğrultusunda 3 dk süreyle, oksijen bloke edici ajan (Oxyguard, Kuraray Noritake Dental Inc, Osaka, Japonya) uygulandı (Resim 15).



Resim 14 Panavia F 2.0 Light rezin siman



Resim 15 Oxyguard, oksijen bloke edici ajan

Simantasyon işleminin tamamlanan örnekler (Resim 16), distile su dolu cam kaplar içerisinde konularak, etüv cihazında (Wise Cube Incubator, Wisd Laboratory Instruments, Germany), 37 °C’de, 24 saat süre ile bekletildi (Resim 17).



Resim 16 Simantasyon işlemi tamamlanmış örnek



Resim 17 Etüv cihazı

3.9. Termal Siklus Uygulaması

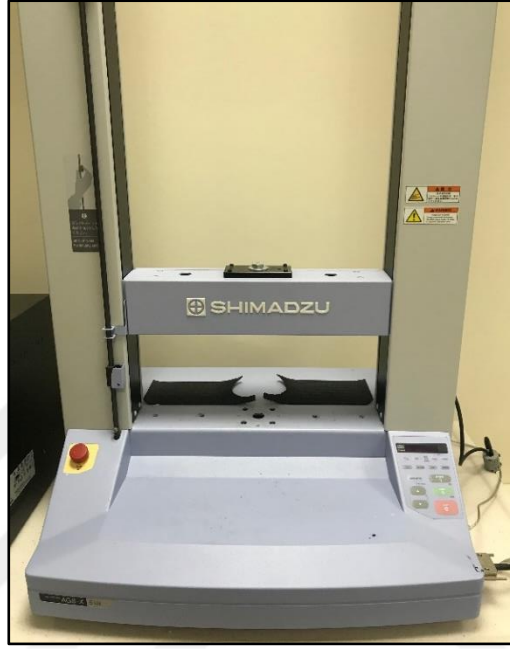
Etüvde 24 saat bekletilme işlemini takiben, bağlanma dayanımı ölçümü yapılacak olan örneklerin yarısı için, yani her gruptan 10 örnek için termal siklus uygulaması yapıldı. Bu amaçla örneklerle termal siklus cihazında (Gökçeler Makine, Sivas, Türkiye) (Resim 18), sıcak ve soğuk hazneler arası geçişlerde bekleme süresi 7 sn olmak üzere, 20 sn daldırma zamanı ile, 5 °C ve 55 °C aralığında 5000 termal siklus uygulandı.



Resim 18 Termal siklus cihazı

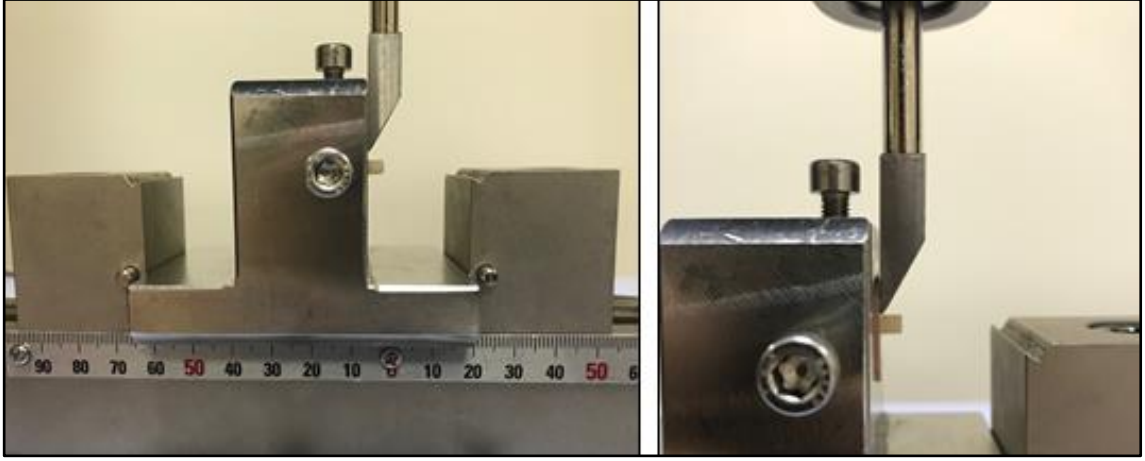
3.10. Makaslama Baęlanma Dayanımının Ölçülmesi

Baęlanma dayanımı testi, İzmir Kâtip Çelebi Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan üniversal test cihazı (Shimadzu, Model AGS-X 5kN, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japonya) (Resim 19) kullanılarak yapılmıştır.



Resim 19 Shimadzu üniversal test cihazı

Örnekler, özel olarak hazırlanmış tutucu düzeneklere sabitlenerek, üniversal test cihazında, kesme bıçağının uç kısmı zirkonya seramik ve kompozit disklerin birleşim yerine, kompozit diskin yan yüzeyi ile 90°'lik bir açı yapacak şekilde yerleştirildi (Resim 20a). 0,5 mm/dk hızla, kırılma meydana gelene kadar makaslama baęlanma dayanımı testi uygulandı (Resim 20b). Kırılmanın gerçekleştiği anda, her bir örnek için Newton (N) cinsinden elde edilen değerler, 12,56 mm² olarak hesaplanan baęlanma yüzey alanına bölünerek, megapaskal (MPa) biriminde kaydedildi.



Resim 20 Örneklerin tutucu düzeneklere sabitlenmesi ve makaslama kuvveti uygulanması

3.11. Stereomikroskop İncelemesi ile Kopma Tiplerinin Belirlenmesi

Test sonrası kopma tiplerinin belirlenebilmesi için, makaslama testi uygulanan zirkonya seramik-rezin siman ara yüzeyleri stereomikroskop (AxioCam ERc 5s, Zeiss, Almanya) (Resim 21) ile incelendi.

Kopma tipleri;

Tip I: Adeziv kopma (rezin siman ile zirkonya seramik materyali arasındaki kopma),

Tip II: Koheziv kopma (rezin siman veya zirkonya seramiğin kendi içinde kopması),

Tip III: Miks kopma (adeziv ve koheziv kopmanın bir arada görüldüğü kopma) olarak sınıflandırıldı.



Resim 21 Kopma yüzeylerinin incelenmesinde kullanılan stereomikroskop

3.12. XPS Analizi

Farklı yüzey işlemleri uyguladığımız örneklerin yüzeyindeki kimyasal değişimin belirlenmesi ve kontrol grubu ile karşılaştırılması amacıyla yapılan elementel analiz, Dokuz Eylül Üniversitesi Elektronik Malzemeler Üretim ve Uygulama Merkezi'nde bulunan XPS (K-Alpha, ThermoScientific, İngiltere) cihazında gerçekleştirildi (Resim 22).



Resim 22 XPS cihazı ve örneklerin analiz için cihaza yerleştirilmesi

Örneklerin kimyasal analizleri, analizör açısı 45°, çapı 400 µm olan monokromatik Al K α X-ışını kaynağı kullanılarak 0,2 eV enerji çözünürlüğü ile kopan elektronların bağlanma enerjilerinin hesaplanması ile yapıldı.

3.13. İstatistiksel Analiz

Araştırmada elde edilen bulguların istatistiksel değerlendirmesi İzmir Kâtip Çelebi Üniversitesi Tıp Fakültesi Biyoistatistik Anabilim Dalı'nda yapıldı. Tüm veriler, IBM SPSS (Statistical Package for Social Sciences) Statistics 22.0 for Windows (IBM Corp., Armonk, New York, ABD) istatistik paket programında değerlendirildi.

Sayısal değişkenlere ait verilerin normal dağılımı “Shapiro Wilk” normallik testi, *Q-Q* grafikleri ve basıklık-çarpıklık ölçüleri kullanılarak değerlendirildi. Yüzey pürüzlülüğü ve temas açısı değerleri için gruplar arası karşılaştırmalar “Tek Yönlü Varyans Analizi (One-way ANOVA)” ile yapıldı. Bağlanma dayanımı değerlerinin analizinde ise “İki Yönlü Varyans Analizi (Two-way ANOVA)” uygulandı. Çoklu karşılaştırma testi olarak ise “Student-Newman-Keuls” testi kullanıldı.

Yüzey pürüzlülüğü, temas açısı ve bağlanma dayanımı ölçüm sonuçları için yapılan istatistiksel değerlendirmelerde, p değerlerinin 0.05'ten küçük olduğu tüm sonuçlar istatistiksel olarak anlamlı kabul edildi ($p < 0,05$).

4. BULGULAR

4.1. Yüzey Pürüzlülük Ölçüm Bulguları

Zirkonya seramik örnek yüzeylerine uygulanan farklı yüzey işlemleri sonrası yüzey pürüzlülüğü değerlerinin gruplar arası karşılaştırmalarında tek yönlü varyans analizi uygulandı ve farklılığa neden olan grubun tespitinde çoklu karşılaştırma testi olarak Student-Newman-Keuls testi kullanıldı. Yüzey pürüzlülüğü bulgularına ait aritmetik ortalama, standart sapma, minimum ve maksimum değerler ve ortalamaların karşılaştırılması Tablo 4'te, varyans analizi tablosu Tablo 5'te, çoklu ikili karşılaştırmalarda her bir grup arasındaki farka ait p değerleri ise Tablo 6'da verilmiştir.

Tablo 4 Yüzey pürüzlülüğü bulgularına ait aritmetik ortalama, standart sapma, minimum ve maksimum değerler ve ortalamaların karşılaştırılması

Yüzey Pürüzlülüğü (μm)			
Grup ismi	n	Ort \pm Ss*	Min-max
Z	10	0,215 \pm 0,015 ^a	0,196-0,247
K	10	0,815 \pm 0,051 ^b	0,735-0,882
Pr	10	0,217 \pm 0,009 ^a	0,205-0,227
KPr	10	0,733 \pm 0,040 ^c	0,655-0,781
ZP	10	0,268 \pm 0,027 ^d	0,238-0,321
KP	10	0,839 \pm 0,032 ^b	0,788-0,876
PrP	10	0,230 \pm 0,046 ^a	0,166-0,330
KPrP	10	0,732 \pm 0,025 ^c	0,683-0,759
PPr	10	0,302 \pm 0,038 ^e	0,244-0,363
KPPr	10	0,784 \pm 0,221 ^f	0,759-0,815

n: Örnek sayısı, **Ort:** Aritmetik ortalama, **Ss:** Standart sapma

*Farklı üst indis harfler istatistiksel olarak anlamlı farklılığı göstermektedir ($p < 0,05$).

Tablo 5 Yüzey pürüzlülük bulgularına ait tek yönlü varyans analizi tablosu

Kaynak	df	Kareler Toplamı	Ortalamaların Karesi	F	p
Gruplar arası	9	7,286	0,810	729,435	<0,001
Grup içi	90	0,0999	0,00111		
Toplam	99	7,386			

df: Serbestlik derecesi, p: İstatistiksel anlamlılık düzeyi ($\alpha=0,05$)

Tablo 6 Yüzey pürüzlülüğüne ait çoklu ikili karşılaştırmalarda Student-Newman-Keuls testi sonuçlarına ait p değerleri

GRUPLAR	Z	K	Pr	KPr	ZP	KP	PrP	KPrP	PPr	KPPr
Z	<0,001	0,904	<0,001	0,003	<0,001	0,604	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
K		<0,001	<0,001	<0,001	0,114	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,039
Pr			<0,001	0,003	<0,001	0,404	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
KPr				<0,001	<0,001	<0,001	0,995	<0,001	<0,001	<0,001
ZP					<0,001	<0,001	<0,001	0,027	<0,001	<0,001
KP						<0,001	<0,001	<0,001	0,001	<0,001
PrP							<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
KPrP								<0,001	0,002	<0,001
PPr									<0,001	<0,001
KPPr										<0,001

$p < 0,05$ olan gruplar arasındaki fark, istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir.

Yapılan tek yönlü varyans analizine göre, uygulanan farklı yüzey işlemlerinin yüzey pürüzlülüğü üzerine etkisinin istatistiksel olarak ileri derecede anlamlı olduğu görüldü ($p < 0,001$).

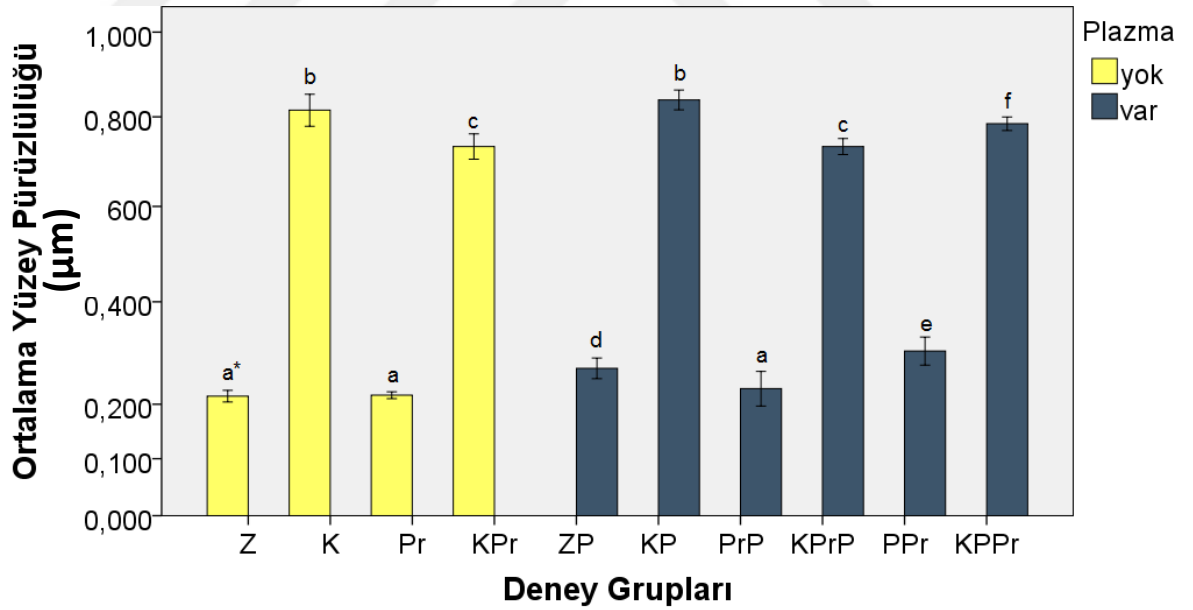
Pürüzlülük sonuçlarına genel olarak bakıldığında kumlama yapılmamış zirkonyum oksit yüzeylerine sahip olan Z, ZP, Pr, PrP ve PPr gruplarının, kumlanmış zirkonyum oksit yüzeylere sahip olan K, KP, KPr, KPrP, KPPr gruplarından belirgin olarak daha düşük pürüzlülük değerlerine sahip olduğu görüldü.

Yapılan çoklu karşılaştırma testi sonucuna göre en yüksek yüzey pürüzlülük değeri ortalamasının KP grubuna ait ($0,839 \mu\text{m}$) olduğu ve KP grubu yüzey pürüzlülüğü değerlerinin K grubu hariç, diğer tüm gruplardan anlamlı ölçüde yüksek olduğu gözlenmiştir ($p < 0,05$). En düşük yüzey pürüzlülük değeri ortalamasının ise kontrol grubu olan Z grubuna ait olduğu görüldü ($0,215 \mu\text{m}$).

Soğuk plazma uygulamasının yüzey pürüzlülüğü üzerine etkisi incelendiğinde ZP grubunda Z grubuna göre anlamlı bir artış görülürken ($p = 0,003$), diğer plazmalı ve

plazmasız gruplar arasında K ve KP grubu arasındaki değişim istatistiksel olarak anlamlı değildi ($p=0,114$). İşlemsiz zirkonya yüzeyine primer uygulaması sonrası elde edilen Pr grubunda Z grubu yüzeyine kıyasla pürüzlülük açısından istatistiksel olarak çok benzer ($p=0,904$) sonuçlar elde edildi. Primer üzerine plazma işlemi uygulanması ile elde edilen PrP grubunda ise Pr grubuna kıyasla pürüzlülükte anlamlı bir değişim olmadığı görüldü ($p=0,404$). Aynı şekilde KPr grubu ile KPrP grubu da benzer pürüzlülük sergiledi ($p=0,995$). Primer uygulamasından önce zirkonyum yüzeyine plazma uygulanan PPr grubu, Pr ve PrP grupları ile kıyaslandığında, KPPr grubu ise KPr ve KPrP grupları ile kıyaslandığında anlamlı bir şekilde daha yüksek pürüzlülük değerleri sergiledi.

Plazmasız ve plazmalı grupların yüzey pürüzlülüğü karşılaştırması Şekil 7’de grafiksel olarak görülmektedir. Bu grafikte de, kumlama yapılmış gruplara ait pürüzlülük değerleri ile kumlanmamış gruplar arasındaki fark, net bir şekilde görülmektedir.



Şekil 7 Gruplara ait yüzey pürüzlülüğü ortalamalarının grafiksel gösterimi
*Farklı harfler istatistiksel olarak anlamlı farklılığı göstermektedir ($p<0,05$).

4.2. Temas Açısı Ölçüm Bulguları

Duran damla yöntemi kullanılarak elde edilen temas açısı ölçüm bulgularının istatistiksel analizinde tek yönlü varyans analizi ve farklılığa neden olan grubun tespitinde çoklu karşılaştırma testi olarak Student-Newman-Keuls testi kullanıldı. Temas açısı ölçüm bulgularına ait aritmetik ortalama, standart sapma, minimum ve maksimum değerler ve ortalamaların karşılaştırılması Tablo 7’de, varyans analizi tablosu Tablo 8’de, çoklu ikili karşılaştırmalarda her bir grup arasındaki farka ait p değerleri ise Tablo 9’da verilmiştir.

Tablo 7 Temas açısı ölçüm bulgularına ait aritmetik ortalama, standart sapma, minimum ve maksimum değerler ve ortalamaların karşılaştırılması

Temas Açısı (θ)			
Grup ismi	n	Ort±Ss*	Min-max
Z	10	71,450±3,598 ^a	65,40-76,37
K	10	54,424±5,626 ^b	43,66-60,24
Pr	10	40,073±4,632 ^c	34,12-45,64
KPr	10	34,587±2,711 ^d	30,74-38,08
ZP	10	8,948±0,904 ^e	7,63-10,69
KP	10	10,331±1,006 ^{eg}	9,18-12,28
PrP	10	17,953±2,716 ^f	14,99-21,50
KPrP	10	12,839±2,153 ^g	9,41-15,79
PPr	10	32,181±5,370 ^d	19,52-37,23
KPPr	10	48,058±3,649 ^h	40,56-52,58

n: Örnek sayısı, **Ort:** Aritmetik ortalama, **Ss:** Standart sapma

*Farklı üst indis harfler istatistiksel olarak anlamlı farklılığı göstermektedir (p<0,05).

Tablo 8 Temas açısı ölçüm bulgularına ait tek yönlü varyans analizi tablosu

Kaynak	df	Kareler Toplamı	Ortalamalar ın Karesi	F	p
Gruplar arası	9	39425,395	4380,599	338,547	<0,001
Grup içi	90	1164,547	12,939		
Toplam	99	40589,942			

df: Serbestlik derecesi, p: İstatistiksel anlamlılık düzeyi ($\alpha=0,05$)

Tablo 9 Temas açısı değerlerine ait çoklu ikili karşılaştırmalarda Student-Newman-Keuls testi sonuçlarına ait p değerleri

GRUPLAR	Z	K	Pr	KPr	ZP	KP	PrP	KPrP	PPr	KPPr
Z	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
K		<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
Pr			0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
KPr				<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,138	<0,001	<0,001
ZP					0,392	<0,001	0,046	<0,001	<0,001	<0,001
KP						<0,001	0,123	<0,001	<0,001	<0,001
PrP							0,002	<0,001	<0,001	<0,001
KPrP								<0,001	<0,001	<0,001
PPr									<0,001	<0,001
KPPr										<0,001

$p<0,05$ olan gruplar arasındaki fark, istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir.

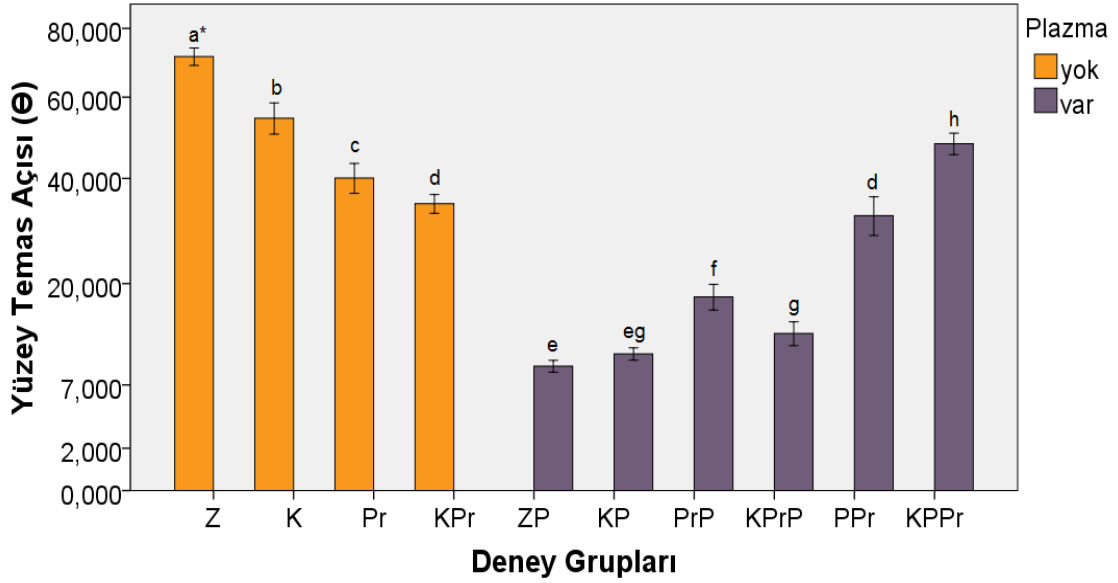
Yapılan tek yönlü varyans analizine göre, uygulanan farklı yüzey işlemlerinin temas açısı değerleri üzerine etkisinin istatistiksel olarak ileri derecede anlamlı olduğu görüldü ($p<0,001$). Bu farklılığın kaynağını araştırmaya yönelik yapılan çoklu karşılaştırma testi sonucuna göre en yüksek temas açısı değeri ortalamasının Z grubuna ait ($71,45^\circ$) olduğu ve Z grubu temas açısı değerlerinin diğer tüm gruplardan anlamlı ölçüde yüksek olduğu gözlemlendi ($p<0,001$). En düşük temas açısı değeri ortalamasının ise ZP grubuna ait olduğu ($8,948^\circ$) ve bu değer, KP grubu hariç diğer tüm gruplardan anlamlı ölçüde düşük, KP grubu ile oldukça benzer olduğu görüldü ($p=0,392$).

Soğuk plazma uygulamasının temas açısı üzerine etkisi incelendiğinde, plazma uygulanan tüm grupların temas açılarında bir düşme olduğu gözlemlendi. ZP grubundaki azalma Z grubuna ve KP grubundaki azalma ise K grubuna göre istatistiksel olarak

anlamli idi ($p < 0,001$). Primer üzerine plazma işlemleri uygulanması ile elde edilen PrP grubunda Pr'ye, kumlanmış ve takiben primer uygulanmış yüzeylerde (KPr) ise sonrasında plazma uygulanan yüzeylere (KPrP) göre anlamlı düzeyde yüksek bulundu ($p < 0,001$).

Primer uygulamasından önce zirkonyum yüzeyine plazma uygulanan PPr grubuna ait temas açısı değerlerinin, Pr grubundan istatistiksel olarak anlamlı düzeyde düşük ($p < 0,001$); PrP grubundan ise anlamlı düzeyde yüksek olduğu ($p < 0,001$) görüldü. PPr ile KPr grubu temas açısı değerleri karşılaştırıldığında ise, bu iki grup istatistiksel olarak benzer bulundu ($p = 0,138$). KPrP grubu ise KPr ve KPrP gruplarına göre anlamlı düzeyde yüksek temas açısı değerleri sergiledi ($p < 0,001$).

Plazmasız ve plazmalı grupların temas açısı karşılaştırması Şekil 8'de grafiksel olarak görülmektedir.

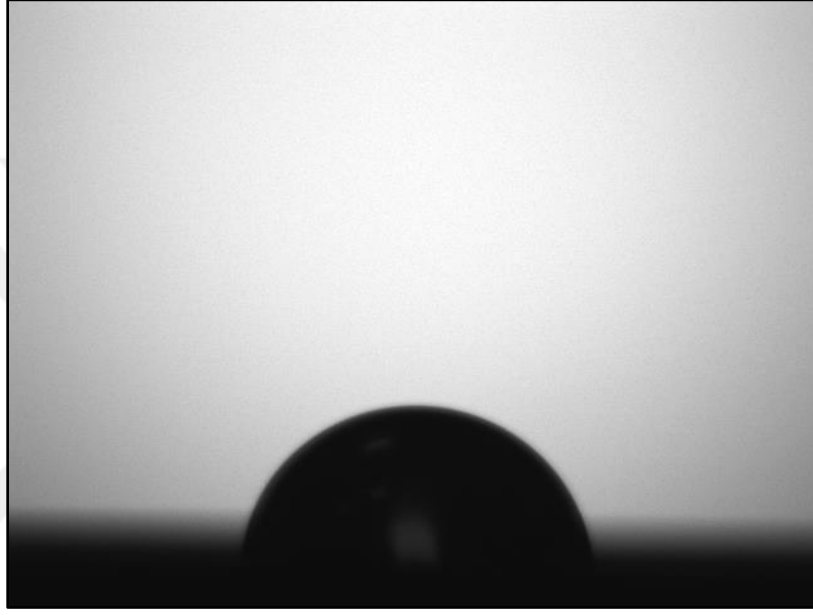


Şekil 8 Grupların temas açısı ortalamalarına ait grafiksel görünüm

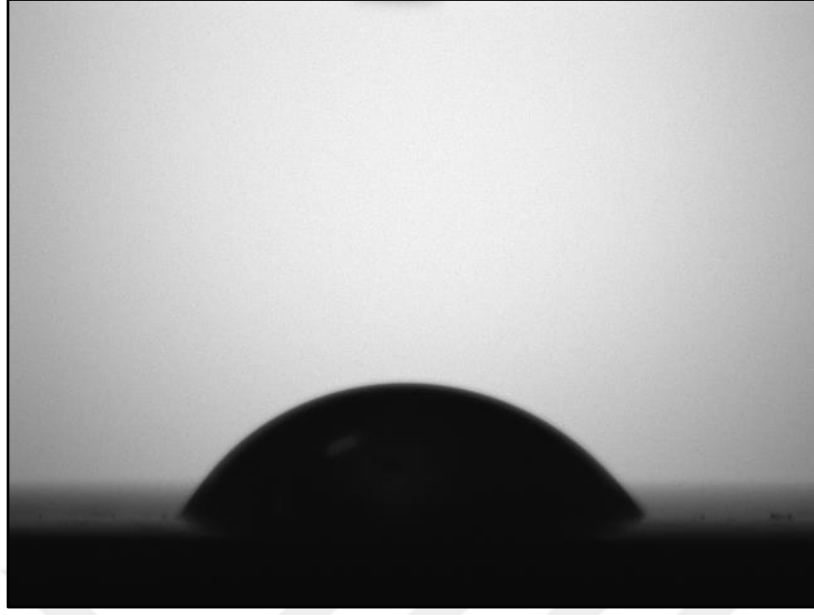
*Farklı harfler istatistiksel olarak anlamlı farklılığı göstermektedir ($p < 0,05$).

Grafikte de görüldüğü üzere, plazmanın son aşama olarak uygulandığı grupların temas açılarında, aynı grupların plazma uygulanmamış hallerine göre anlamlı bir azalma göze çarpmaktadır. Plazmanın uygulama sırası değiştirilerek primerden önce uygulandığı KPrP ve PPr gruplarının temas açılarının ise, sonra uygulandığı gruplara nazaran anlamlı düzeyde yüksek olduğu dikkat çekmektedir.

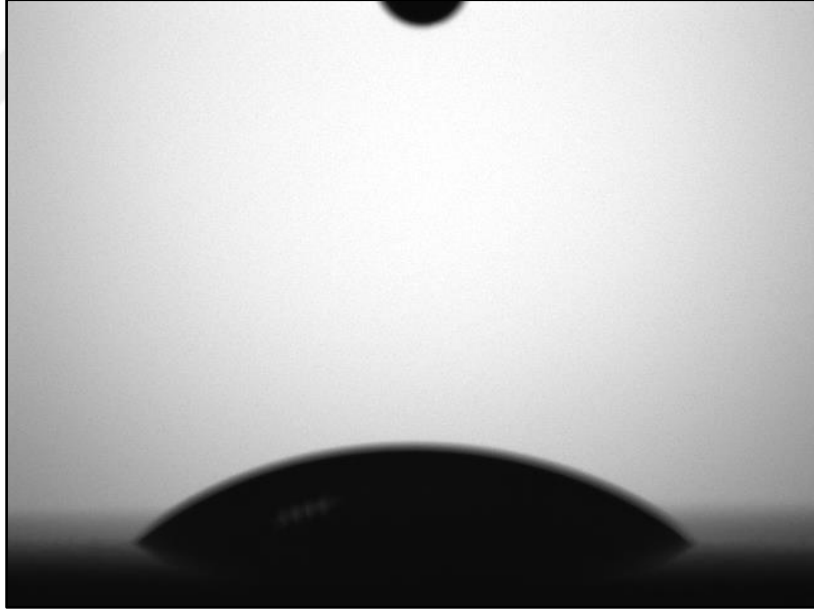
Resim 23'ten Resim 32'ye kadar, grupların temas açısı görüntüleri sırasıyla sunulmuştur.



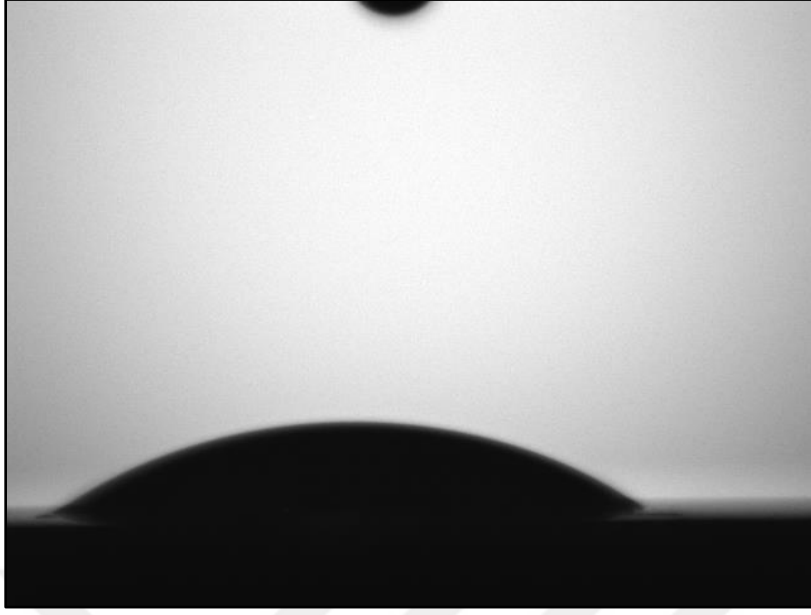
Resim 23 Z grubuna ait temas açısı görüntüsü



Resim 24 K grubuna ait temas açısı görüntüsü



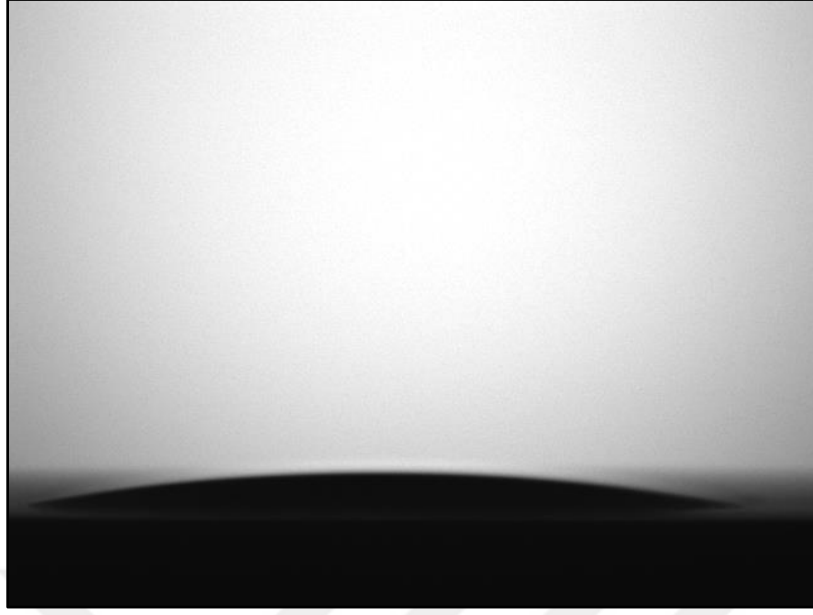
Resim 25 Pr grubuna ait temas açısı görüntüsü



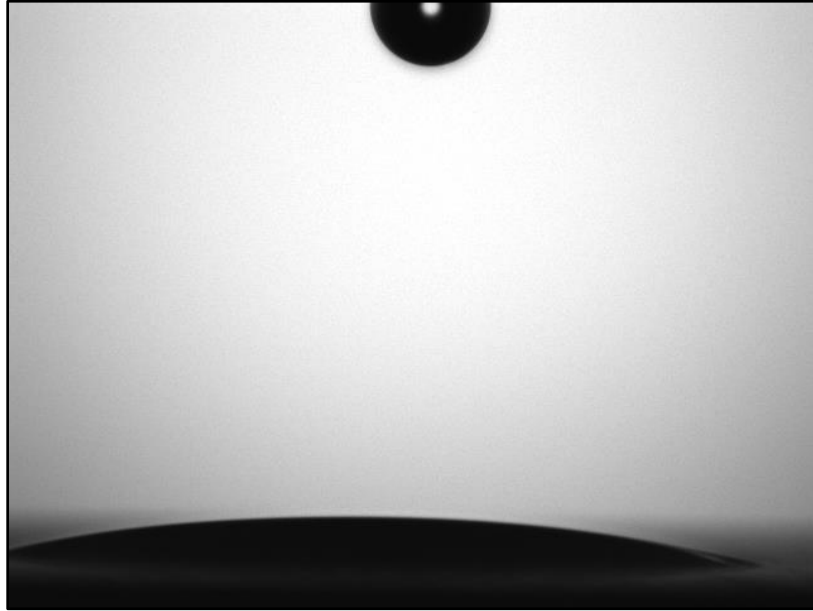
Resim 26 KPr grubuna ait temas açısı görüntüsü



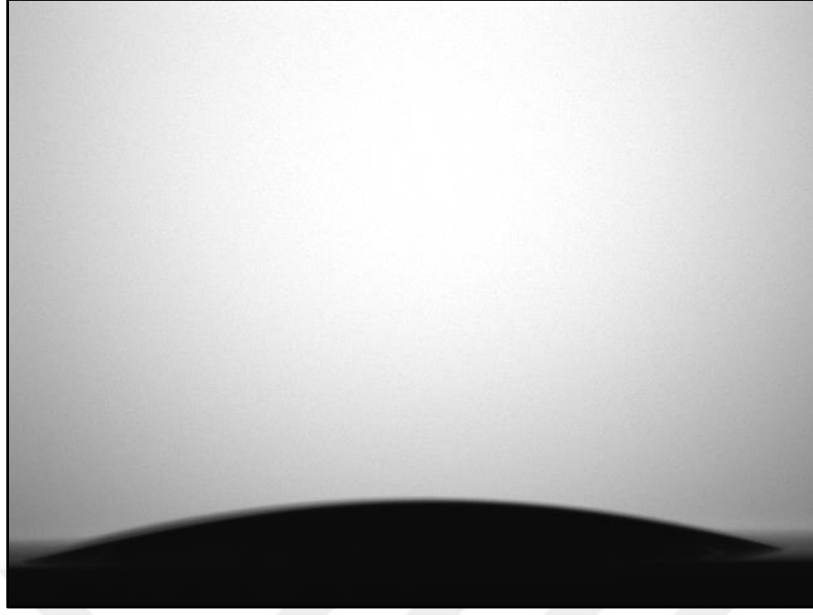
Resim 27 ZP grubuna ait temas açısı görüntüsü



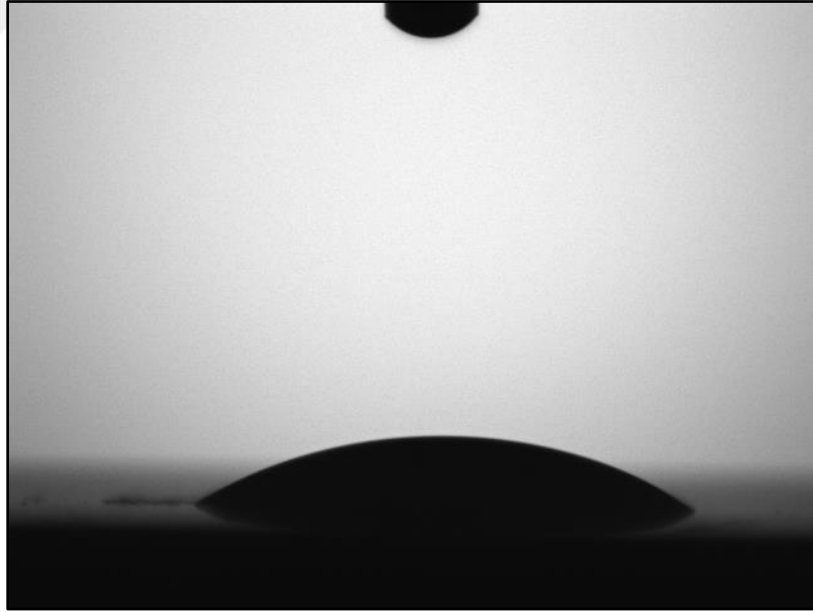
Resim 28 KP grubuna ait temas açısı görüntüsü



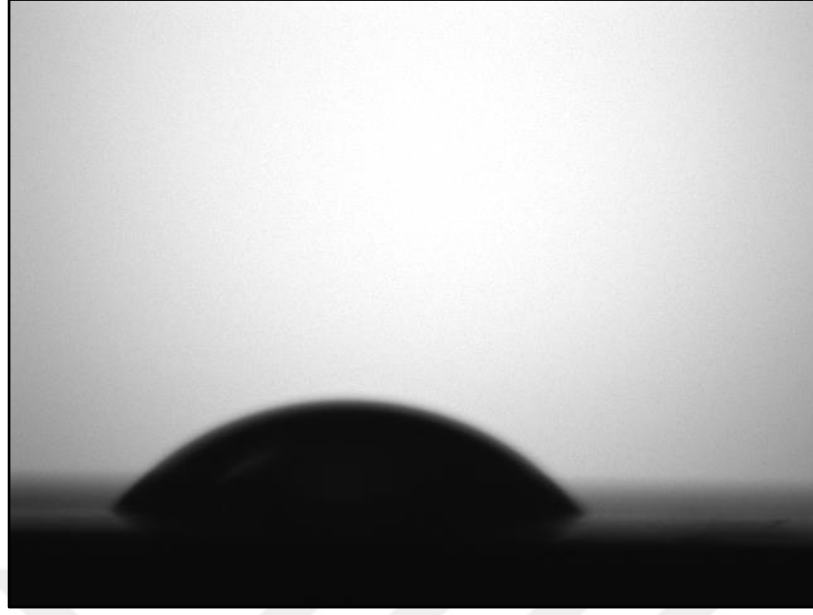
Resim 29 PrP grubuna ait temas açısı görüntüsü



Resim 30 KPrP grubuna ait temas açısı görüntüsü



Resim 31 PPr grubuna ait temas açısı görüntüsü



Resim 32 KPPr grubuna ait temas açısı görüntüsü

4.3. Makaslama Bağlanma Dayanımı Testi Bulguları

Elde edilen makaslama bağlanma dayanımı ölçüm bulgularının istatistiksel analizinde iki yönlü varyans analizi ve farklılığa neden olan grubun tespitinde çoklu karşılaştırma testi olarak Student-Newman-Keuls testi kullanılmıştır. Makaslama bağlanma dayanımı ölçüm bulgularına ait aritmetik ortalama, standart sapma, minimum ve maksimum değerler ve ortalamaların karşılaştırılması Tablo 10’da, iki yönlü varyans analizi tablosu Tablo 11’de, termal siklus etkisinin grup bazında istatistiksel olarak karşılaştırılması ise Tablo 12’de verilmiştir.

Tablo 10 Makaslama bağlanma dayanımı bulgularına ait aritmetik ortalama, standart sapma, minimum ve maksimum değerler ve ortalamaların karşılaştırılması

Bağlanma Dayanımı (MPa)					
Grup ismi	n	Termal siklus yok	Termal siklus var	Termal siklus yok	Termal siklus var
		Ort±Ss*	Ort±Ss*	Min-max	Min-max
Z	10	2,861±0,295 ^a	2,065±0,282 ^a	2,42-3,27	1,71-2,46
K	10	6,918±0,389 ^b	3,638±0,476 ^{bc}	6,22-7,57	3,04-4,45

Pr	10	7,054±0,503 ^b	4,515±0,670 ^{de}	6,24-7,79	3,28-5,38
KPr	10	9,075±0,991 ^c	5,827±0,421 ^f	7,55-11,08	5,43-6,70
ZP	10	4,481±0,374 ^d	3,131±0,386 ^b	3,87-4,97	2,39-3,95
KP	10	6,338±0,594 ^b	5,009±0,656 ^e	5,29-7,28	4,14-6,11
PrP	10	4,624±0,849 ^d	3,241±0,478 ^b	3,73-5,54	2,64-3,98
KPrP	10	6,622±0,866 ^b	3,522±0,573 ^{bc}	5,43-7,86	2,86-4,57
PPr	10	10,010±1,842 ^e	7,252±0,755 ^g	7,33-13,37	6,08-8,41
KPPr	10	8,069±1,842 ^f	4,009±0,821 ^{cd}	6,96-8,82	2,95-5,03

n: Örnek sayısı, **Ort:** Aritmetik ortalama, **Ss:** Standart sapma

*Aynı sütun içerisindeki farklı üst indis harfler istatistiksel olarak anlamlı farklılığı göstermektedir (p<0,05).

Tablo 11 Elde edilen makaslama bağlanma dayanımı ölçüm bulgularına ait iki yönlü varyans analizi tablosu

Kaynak	Tip III kareler toplamı	df	Ortalamaların karesi	F	p
Düzeltilmiş model	912,309 ^a	19	48,016	90,894	,000
Intercept	5860,222	1	5860,222	11093,253	,000
Termal Siklus	284,244	1	284,244	538,067	,000
Yüzey İşlemi	574,361	9	63,818	120,806	,000
Termal Siklus x Yüzey işlemi	53,704	9	5,967	11,296	,000
Hata	95,088	180	,528		
Toplam	6867,620	200			
Düzeltilmiş toplam	1007,398	199			

a. R Squared = ,906 (Adjusted R Squared = ,896)

df: serbestlik derecesi, p: istatistiksel anlamlılık düzeyi

Tablo 12 Her bir grup bazında termal siklus etkisinin istatistiksel olarak değerlendirilmesi

(I)	(J)	Ortalama	Standart	p	Farkın %95 güven aralığı
-----	-----	----------	----------	---	-----------------------------

Yüzey işlemi	TERMAL SIKLUS	TERMAL SIKLUS	fark (I-J)	hata		Alt sınıır	Üst sınıır
Z	_ yok	_ var	,796*	,325	,015	,155	1,437
K	_ yok	_ var	3,280*	,325	,000	2,639	3,921
Pr	_ yok	_ var	2,539*	,325	,000	1,898	3,180
KPr	_ yok	_ var	3,248*	,325	,000	2,607	3,889
ZP	_ yok	_ var	1,350*	,325	,000	,709	1,991
KP	_ yok	_ var	1,329*	,325	,000	,688	1,970
PrP	_ yok	_ var	1,383*	,325	,000	,742	2,024
KPrP	_ yok	_ var	3,100*	,325	,000	2,459	3,741
PPr	_ yok	_ var	2,758*	,325	,000	2,117	3,399
KPPr	yok	var	4,060*	,325	,000	3,419	4,701

*Ortalama farklılık $\alpha=.05$ seviyesinde istatistiksel olarak anlamlıdır.

Termal siklus uygulanmayan grupların makaslama bağlanma dayanımı bulgularına ait çoklu ikili karşılaştırmalarda Student-Newman-Keuls testi sonuçlarına ait p değerleri Tablo 13'te, termal siklus uygulanan gruplara ait p değerleri ise Tablo 14'te verilmiştir.

Tablo 13 Termal siklus uygulanmayan grupların bağlanma dayanımı değerlerine ait çoklu ikili karşılaştırmalarda Student-Newman-Keuls testi sonuçlarına ait p değerleri

GRUPLAR	Z	K	Pr	KPr	ZP	KP	PrP	KPrP	PPr	KPPr
Z	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
K		0,676	<0,001	<0,001	0,076	<0,001	0,364	<0,001	0,001	
Pr			<0,001	<0,001	0,029	<0,001	0,186	<0,001	0,002	
KPr				<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	0,005	0,002	
ZP					<0,001	0,661	<0,001	<0,001	<0,001	
KP						<0,001	0,383	<0,001	<0,001	
PrP							<0,001	<0,001	<0,001	
KPrP								<0,001	<0,001	
PPr									<0,001	
KPPr										<0,001

$p < 0,05$ olan gruplar arasındaki fark, istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir.

Tablo 14 Termal siklus uygulanan grupların bağlanma dayanımı değerlerine ait çoklu ikili karşılaştırmalarda Student-Newman-Keuls testi sonuçlarına ait p değerleri

GRUPLAR	Z	K	Pr	KPr	ZP	KP	PrP	KPrP	PPr	KPPr
Z		<0,001	<0,001	<0,001	0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
K			0,008	<0,001	0,121	<0,001	0,224	0,722	<0,001	0,255
Pr				<0,001	<0,001	0,130	<0,001	0,003	<0,001	0,121
KPr					<0,001	0,013	<0,001	<0,001	<0,001	<0,001
ZP						<0,001	0,735	0,231	<0,001	0,008
KP							<0,001	<0,001	<0,001	0,002
PrP								0,388	<0,001	0,019
KPrP									<0,001	0,136
PPr										<0,001
KPPr										

$p < 0,05$ olan gruplar arasındaki fark, istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir.

Yapılan iki yönlü varyans analizi sonucuna göre, tek başına yüzey işlemi, tek başına termal siklus ve ikisinin ortak etkisi, makaslama bağlanma dayanımı üzerinde ileri derecede anlamlı bulundu ($p < 0,001$). Makaslama testi sonuçları incelendiğinde, termal siklus uygulanmayan gruplar içinde en yüksek makaslama bağlanma dayanımı ortalamasının PPr grubuna ait olduğu (10,010 MPa) ve bu değer diğer tüm gruplarla istatistiksel karşılaştırılmasında, anlamlı oranda yüksek olduğu saptandı. KPr grubu ile kıyaslandığında farkın anlamlılık düzeyi $p = 0,005$ iken; diğer gruplar için $p < 0,001$ idi. En düşük ortalamanın ise kontrol grubu yani Z grubuna ait (2,861 MPa) ve bu değer diğer değerlerden anlamlı ölçüde düşük olduğu görüldü ($p < 0,001$).

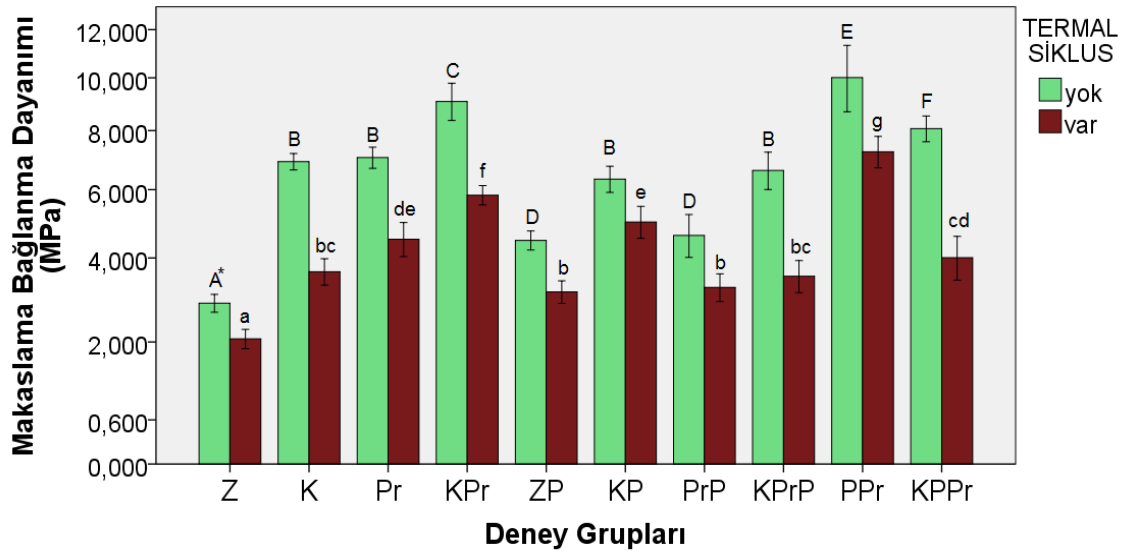
Termal siklus uygulanan gruplara ait değerler incelendiğinde ise, en yüksek ortalama diğer tüm gruplardan anlamlı ölçüde yüksek olarak ($p < 0,001$) yine PPr grubunda ölçüldü (7,252 MPa). En düşük ortalamanın ise diğer tüm gruplardan anlamlı fark göstererek ($p < 0,001$) yine Z grubuna ait (2,065 MPa) olduğu görüldü.

Soğuk plazma uygulamasının zirkonya ile rezin siman arasındaki makaslama bağlanma dayanımı üzerine etkisi değerlendirildiğinde, ZP grubu hem termal siklus öncesi hem de termal siklus sonrası Z grubuna göre anlamlı düzeyde daha yüksek bağlanma dayanımı sergiledi. KP grubu ile K grubu değerleri arasında ise termal siklus uygulanmayan gruplar için benzerlik söz konusu iken ($p = 0,076$), termal siklus sonrası KP grubuna ait değerlerin anlamlı düzeyde yüksek olduğu gözlemlendi ($p < 0,001$).

PrP grubunun hem başlangıç, hem de yaşlandırma sonrası bağlanma dayanımı değerleri, yalnızca primer uygulanan Pr grubundan anlamlı düzeyde düşük bulundu ($p < 0,001$). KPr grubunda, başlangıç bağlanma dayanımı değerleri KPrP grubuna göre

anlamli düzeyde yuksek iken ($p<0,001$), termal siklus sonrası her iki grupta da başlangıç deęerlerine göre ciddi bir azalma gözlemlendi. Plazmanın primerden önce uygulandıęı PPr grubu, yalnız primer ve plazmanın primer sonrası uygulandıęı gruplar ile kıyaslandıęında, hem başlangıç, hem de termal siklus sonrası deęerlerinin her iki gruptan da anlamli düzeyde yuksek olduęu görüldü. KPr grubuna ait başlangıç bağlanma dayanımı deęerleri KPr'den anlamli düzeyde düşük iken ($p=0,002$), plazmanın uygulama sırası deęiştirilerek oluřturulan KPrP grubu deęerlerinden anlamli ölçüde yuksekti ($p<0,001$). Termal siklus sonrası ise KPr grubu, KPr grubundan anlamli olarak düşük ($p<0,001$), KPrP grubuna ise benzer deęerler gösterdi ($p=0,136$).

Termal siklus uygulanan ve uygulanmayan gruplarda makaslama bağlanma deęerlerinin grafiksel gösterimi Őekil 9'da görülmektedir.



Őekil 9 Termal siklus uygulanmayan ve uygulanan gruplarda makaslama bağlanma deęerlerinin grafiksel gösterimi

* Farklı büyük harfler termal siklus olmayan, farklı küçük harfler termal siklus olan gruplar arasındaki istatistiksel farklılıęı göstermektedir ($p<0,05$)

Termal siklus uygulamasının grup bazında etkisi incelendiğinde Tablo 4.3.3'te görüldüğü gibi tüm gruplardaki makaslama bağlanma dayanımı değerlerinde istatistiksel olarak anlamlı derecede düşüş meydana geldiği görüldü.

Termal siklus uygulaması sonrası grupların bağlanma dayanımı değerlerinde görülen azalma yüzdeleri ortalamaların farkı dikkate alındığında yaklaşık olarak, KP grubu için %20; Z, ZP, PrP ve PPr grupları için %30; Pr ve KPr grupları için %35; KPrP grubu için %45; K ve KPPr grupları için ise %50 olarak belirlendi.

4.4. Kopma Tiplerinin Değerlendirilmesi

Makaslama bağlanma dayanımı testi sonrasında kopma yüzeylerinin stereomikroskop ile incelemesi yapılarak, zirkonya-rezin siman arasındaki kopma tipleri belirlenmiş ve grup bazında kopma tiplerinin yüzdeleri Tablo 15'te verilmiştir.

Tablo 15 Stereomikroskop incelemesi sonucu belirlenen kopma tipleri

Gruplar	Termal siklus yok			Termal siklus var		
	Adeziv	Koheziv	Miks	Adeziv	Koheziv	Miks
Z	100	-	-	100	-	-
K	40	-	60	60	-	40
Pr	40	-	60	60	-	40
KPr	30	-	70	50	-	50
ZP	70	-	30	90	-	10
KP	60	-	40	70	-	30
PrP	70	-	30	90	-	10

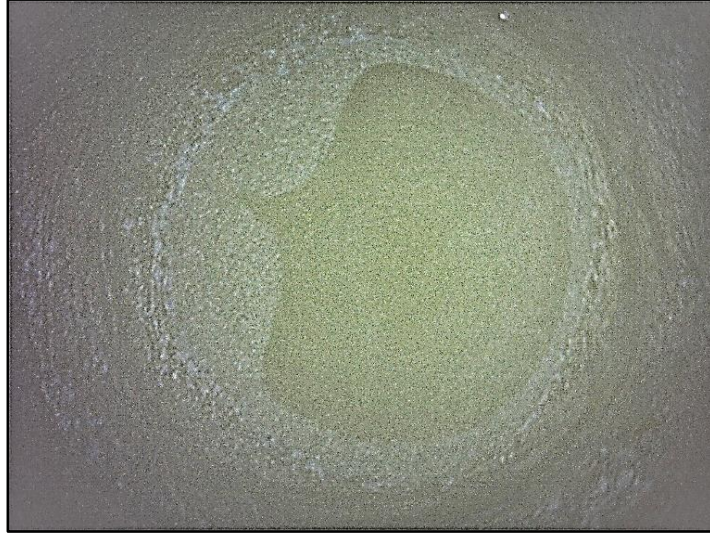
KPrP	60	-	40	80	-	20
PPr	20	-	80	40	-	60
KPPr	30	-	70	70	-	30
Toplam	52	-	48	71	-	29

Termal siklus uygulanmayan toplam 100 adet örneğin 52'sinde adeziv kopma tipi olan tip I (Resim 33), 48'inde ise miks kopma tipi olan tip III (Resim 34) kopma görülürken; termal siklus uygulanan gruplardaki örneklerin 71'sinde tip I, 29'unda tip III kopma görülmüştür.

Tip II (koheziv) kopma tipine hiçbir grupta rastlanmamıştır.



Resim 33 Tip I: Adeziv kopma



Resim 34 Tip III: Miks kopma

Yüzey işlemlerine göre kopma tipleri değerlendirildiğinde, en düşük bağlanma dayanımı değerlerine sahip olan Z grubunda sadece adeziv kopma görüldü. Yine bağlanma dayanımı değerlerinin düşük olarak kaydedildiği ZP ve PrP gruplarında da adeziv tip kopma oranı yüksekti.

Miks kopma ise en çok, bağlanma dayanımı değerlerinin termal siklus uygulanan ve uygulanmayan tüm gruplar içinde en yüksek olduğu PPr ve bunu takip eden KPr gruplarında görüldü.

Termal siklus uygulamasını takiben grupların tamamında adeziv kopma tipinde artış gözlemlendi. Z grubunda hem termal siklus uygulanmayan, hem de termal siklus sonrası örneklerin tümünde adeziv kopma gerçekleşti. Termal siklus sonrası adeziv kopma tipinde görülen artış yüzdelерinin KP ve KPr grupları hariç tüm gruplar için %20, KP grubunda %10, KPr grubunda ise %40 oranında olduğu saptandı.

4.5. XPS Analizi Bulguları

Yüzey işlemleri tamamlandıktan sonra, her gruptan 1 adet örnek üzerinde, yüzeydeki elementlerin ve kimyasal yapının değişimini gözlemek amacıyla XPS analizi yapılmış ve atomlar bağlanma enerjilerine göre tanımlanmıştır. Tablo 16'da gruplara ait atomik yüzde dağılımları verilmiştir.

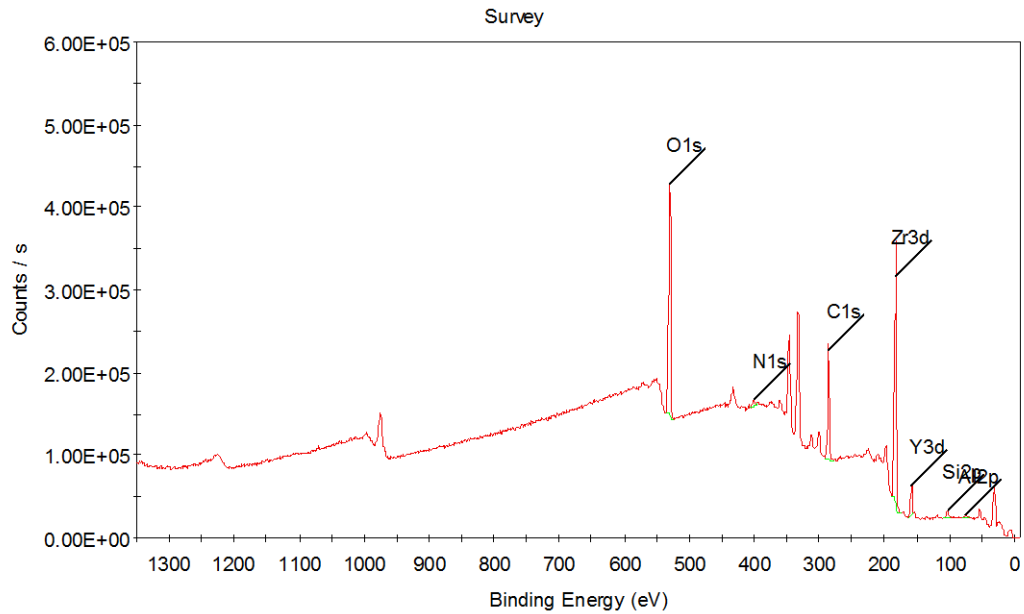
Tablo 16 XPS analizi sonucu elde edilen atomik yüzde oranları

	Z	K	Pr	KPr	ZP	KP	PrP	KPrP	PPr	KPr
O1s	34,98	37,85	18,90	20,58	58,69	49,33	35,22	35,44	22,54	19,27

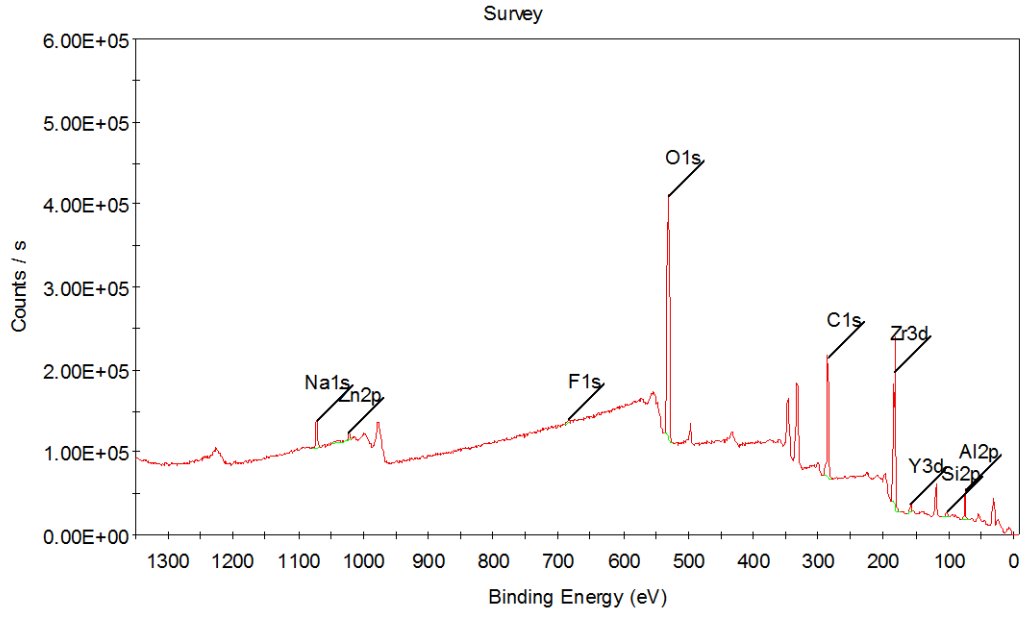
C1s	39,78	35,79	73,47	71,34	17,34	24,45	56,68	55,54	71,05	75,69
Zr3d	15,40	8,70	-	-	14,90	7,45	-	-	-	-
Y3d	1,94	0,45	-	-	2,73	0,65	-	-	-	-
Al2p	3,11	13,80	-	-	-	16,88	-	0,56	-	-
Si2p	2,61	1,08	5,93	7,01	2,72	-	6,72	6,79	4,60	1,07
N1s	2,18	-	-	-	-	-	-	-	-	0,52
Na1s	-	1,78	-	-	1,67	0,41	-	-	-	-
F1s	-	0,27	-	-	-	-	-	-	-	-
Al2s	-	-	-	-	1,69	-	-	-	-	-
Zn2p	-	0,27	-	-	0,26	0,83	-	-	-	-
P2p	-	-	1,70	1,07	-	-	1,38	1,67	1,81	3,47

XPS analizi bulguları değerlendirildiğinde, plazma uygulanan gruplarda genel olarak göze çarpan, oksijenin atomik yüzdesindeki artış ile karbon atomlarının yüzdesinde görülen azalmadır. Plazma ve primerin birlikte kullanıldığı gruplar değerlendirildiğinde ise, plazmanın son aşama olarak uygulandığı gruplarda oksijenin atomik yüzde oranları, plazmanın primerden önce uygulandığı gruplardan daha yüksek iken, karbon atomları için durum tam tersi olarak izlendi.

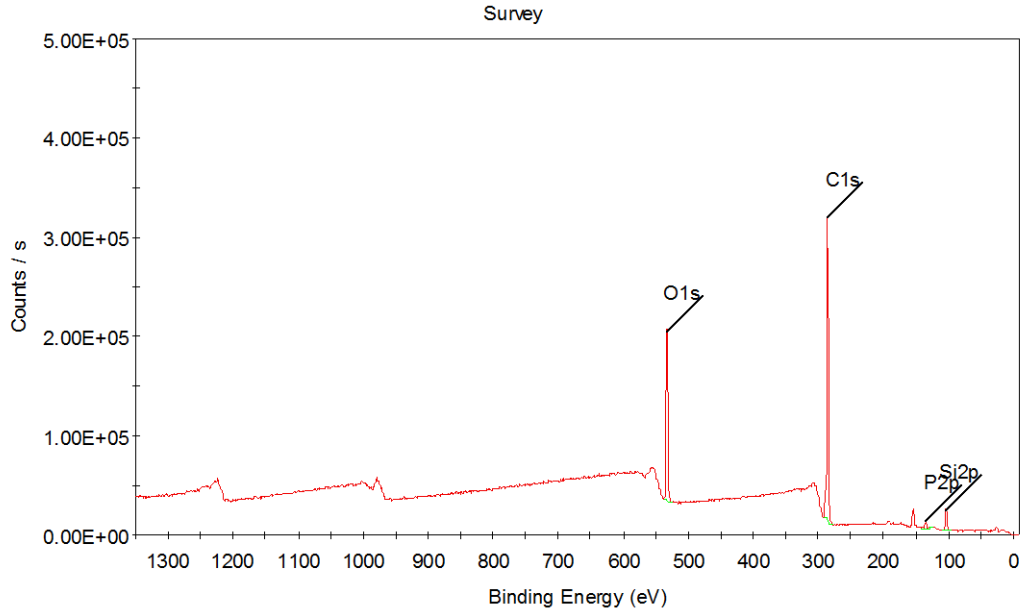
Tüm gruplara ait XPS element analizi grafikleri ise Şekil 10 ile Şekil 19 arasında sırasıyla görülmektedir.



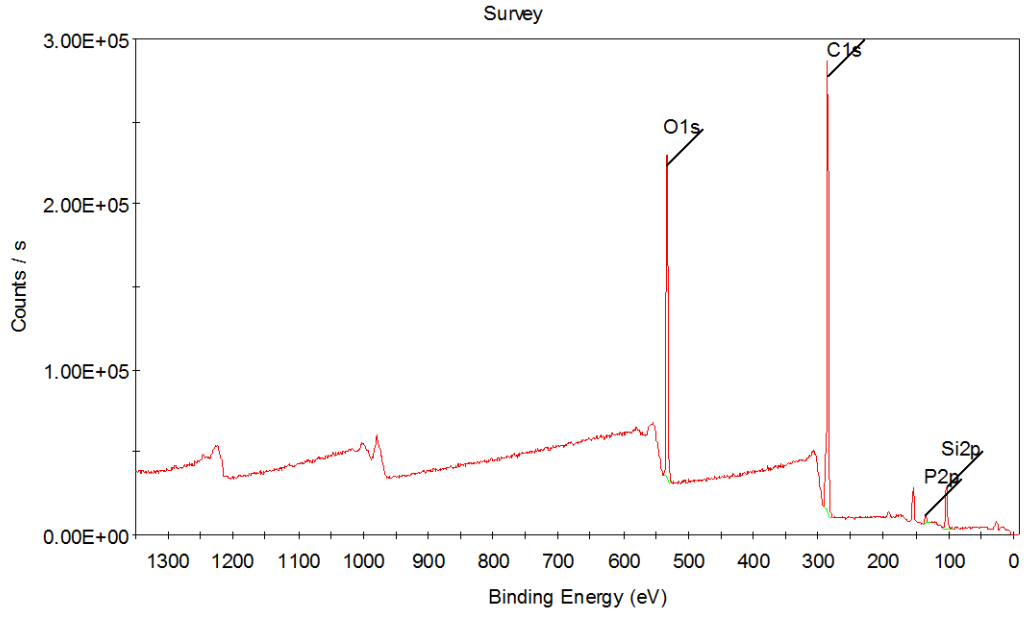
Şekil 10 Z grubuna ait XPS analiz grafiği



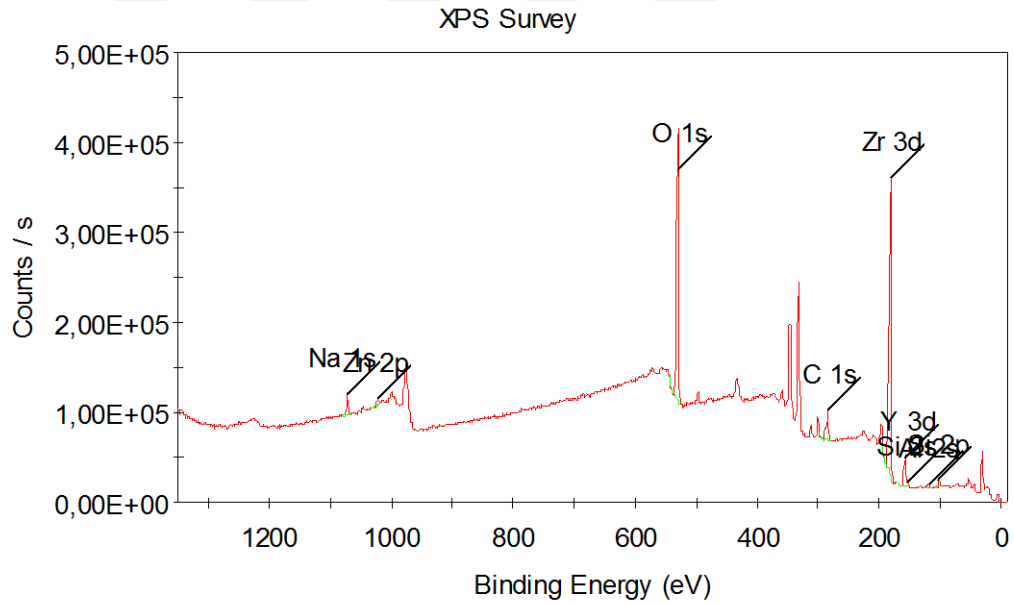
Şekil 11 K grubuna ait XPS analiz grafiği



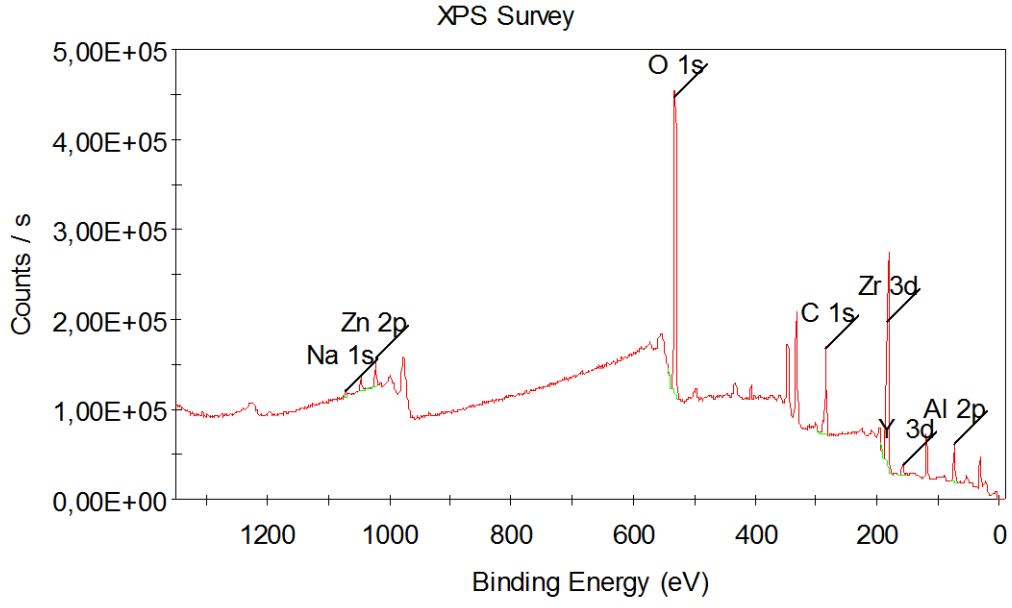
Şekil 12 Pr grubuna ait XPS analiz grafiği



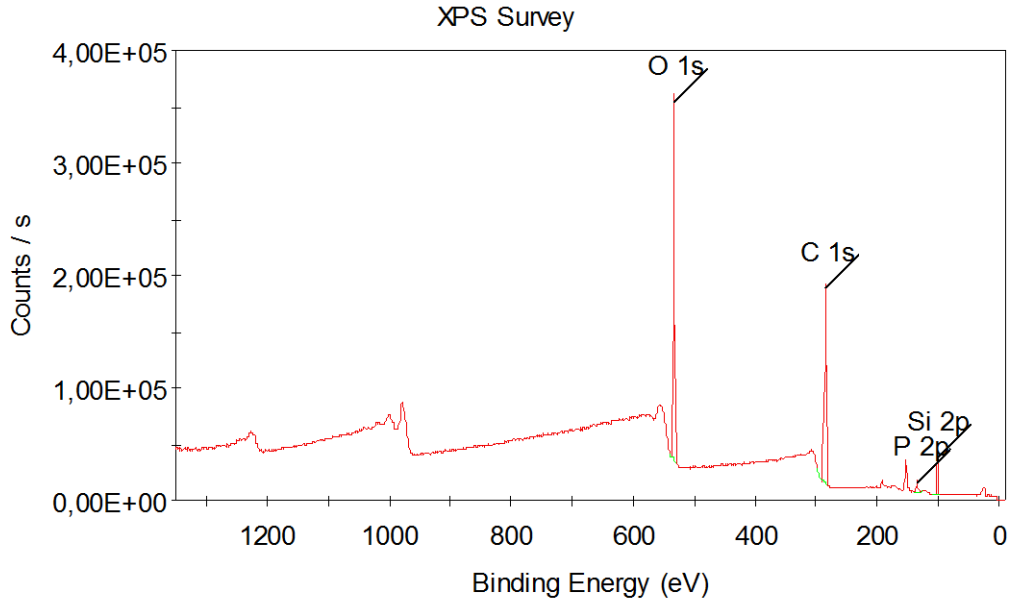
Şekil 13 KPr grubuna ait XPS analiz grafiği



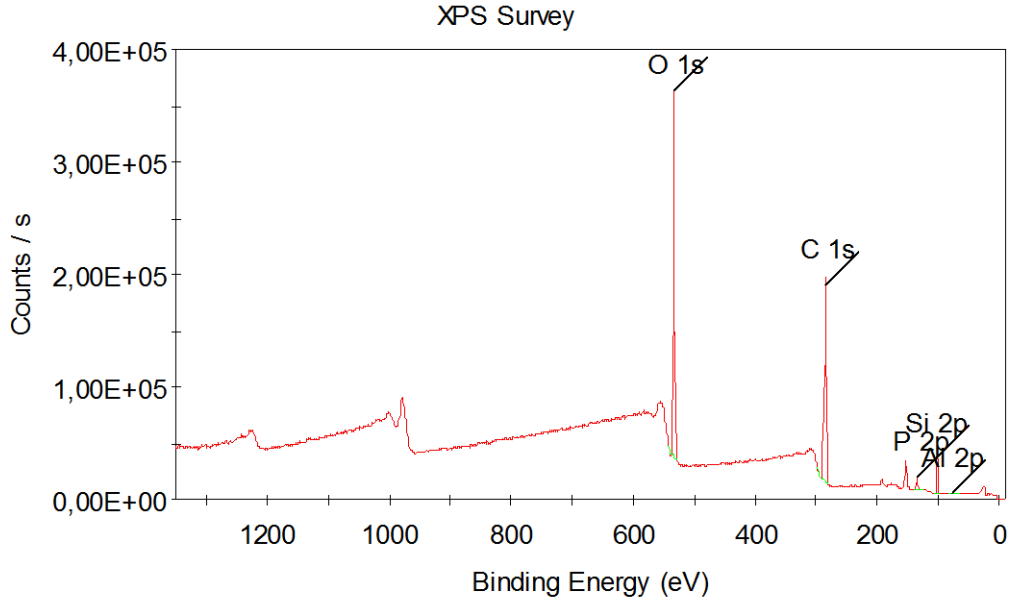
Şekil 14 ZP grubuna ait XPS analiz grafiği



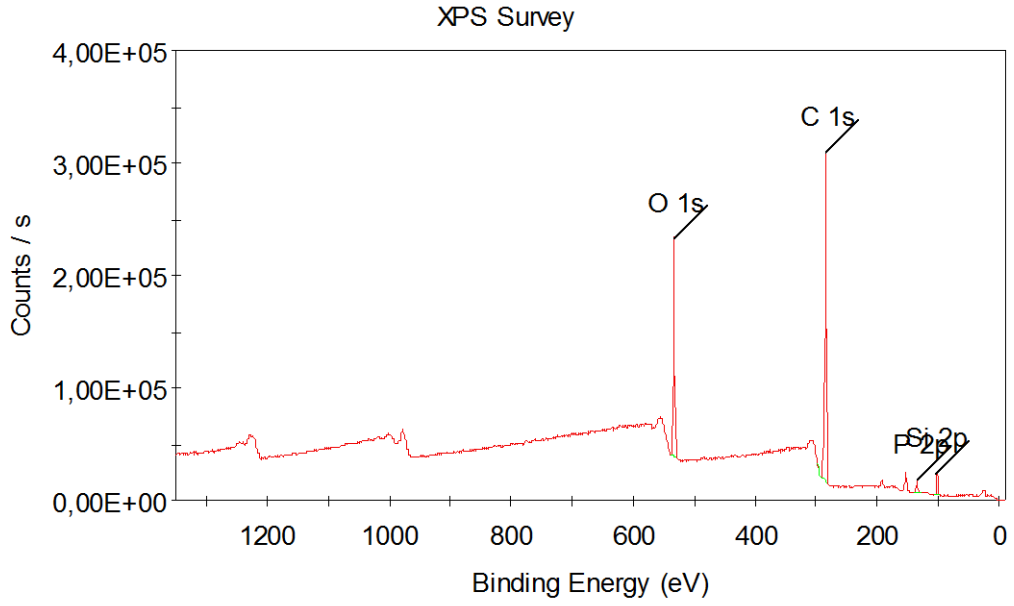
Şekil 15 KP grubuna ait XPS analiz grafiği



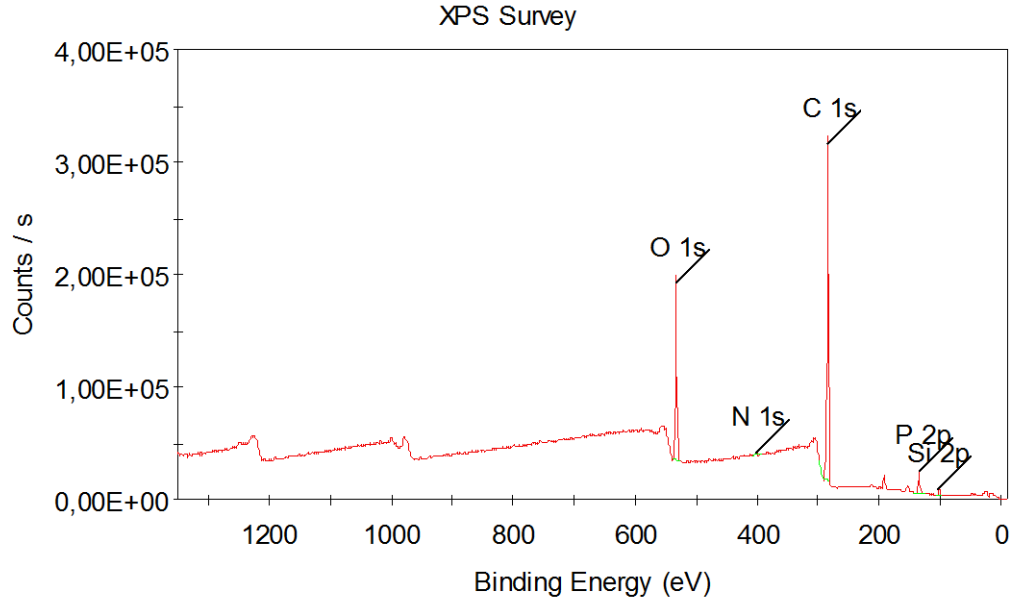
Şekil 16 PrP grubuna ait XPS analiz grafiği



Şekil 17 KPrP grubuna ait XPS analiz grafiği



Şekil 18 PPr grubuna ait XPS analiz grafiği



Şekil 19 KPPr grubuna ait XPS analiz grafiği

5. TARTIŞMA

Bu çalışmada, zirkonya-rezin siman adezyonunu artırmaya yönelik alternatif bir yüzey işlemi olarak düşünülen soğuk plazma uygulaması, tek başına ve klinikte yaygın kullanılan kumlama ve primer uygulaması gibi diğer yüzey işlemi yöntemleri ile kombine olarak uygulanmış ve yüzey özelliklerine ek olarak zirkonya-rezin siman bağlanma dayanımı üzerine etkileri, termal yaşlandırma etkisi de göz önüne alınarak incelenmiştir.

Bilindiği üzere, protetik tedavi uygulamalarında esas amaç, estetiğin ve fonksiyonel yapının yeniden kazandırılmasıdır. Sabit protetik restorasyonlarda uzun yıllardır başarıyla kullanılmakta olan metal destekli seramik restorasyonlar yerine uygun vakalarda, dirençli kor yapıların alt yapı olarak kullanıldığı tam seramik sistemler günümüzde sıkça tercih edilmektedir. Yoğun sinterlenmiş seramiklerin kullanıldığı sistemlerle, bu materyallerde olması beklenen direnç, estetik, kimyasal

stabilizasyon ve yüksek biyouyumluluk gibi özellikler büyük ölçüde karşılanmaktadır.^{47, 52, 211}

Zirkonya esaslı seramiklerin biyouyumluluk ve estetik özelliklerinin yanı sıra, diğer tam seramiklere kıyasla, çiğneme kuvvetlerine karşı yüksek dayanıklılık gösterdiği bilinmektedir.^{109, 212} Yaklaşık 1000 MPa'lık bükülme direnci ile zirkonya, feldspatik porselenlerden altı kat daha güçlüdür.⁴⁰ Bu da, lösit ya da lityum disilikat ile güçlendirilmiş sistemlerin uygun olmadığı posterior bölge köprü restorasyonları ve uzun gövde mesafesine sahip restorasyonlarda, zirkonya altyapılı restorasyonları diğer tam seramiklere kıyasla daha tercih edilir kılmaktadır.²¹³

Tam seramik restorasyonlarda mekanik özelliklerin geliştirilmiş olması her ne kadar klinik başarıyı artırsa da, uzun dönemli başarı simantasyon ile yakından ilgilidir.⁶⁹ Başarılı bir simantasyonun temeli ise, tam seramik restorasyonlarda yapıştırıcı ajanın hem seramik, hem de diş yüzeyine bağlanmasındaki başarısına dayanır. Burke,²¹⁴ fosfat siman ile simantasyonu, adeziv simantasyon ile kırılma direnci açısından karşılaştırdığı çalışmada, seramik iç yüzeyinin asit ile pürüzlendirildiği ve ardından bonding işleminin uygulandığı grupta, anlamlı ölçüde yüksek kırılma direnci tespit etmiş ve tam seramiklerin simantasyonu için adeziv simantasyon sistemlerini tavsiye etmiştir. Filho ve ark.²¹⁵ ise, seramik restorasyonların diş dokularına adeziv rezin simanlar ile simante edilmesinin, diş ve restorasyon kırılma dirençlerini artırdığını bildirmişlerdir. Yüksek kırılma direnci nedeniyle zirkonya esaslı restorasyonların simantasyonu geleneksel simanlar kullanılarak da yapılabilmektedir;¹⁰¹ ancak daha iyi marjinal örtüm sağlama, daha yüksek retansiyon, daha az mikrosızıntı, restorasyonun iç yüzeyindeki mikropürüzleri doldurarak restorasyonun kırılma dayanımını artırma gibi avantajlarından dolayı, rezin esaslı simanların zirkonya alt yapılı restorasyonlarda kullanımı tavsiye edilmektedir.^{69, 101, 216, 217} Buna karşın, rezin simanların zirkonya alt yapılar cam matris içerikli seramikler kadar iyi bağlanmadığı gerçeğine de literatürde sıkça yer verilmekte ve bu konuyla ilgili çalışmalar devam etmektedir.^{101, 216} Blatz ve ark.⁶⁹ rezin-seramik bağlantısı ile ilgili yayımlanan altmış sekiz araştırmayı derledikleri çalışmalarında, silika esaslı seramiklerin rezinlerle bağlantısı hakkında kısa ve uzun dönem çalışmalar ile net bulgular elde edildiğini; ancak yüksek dirençli seramikler için bu konu hakkında yeni çalışmalara ihtiyaç duyulduğunu söylemişlerdir. Zirkonya alt yapılı restorasyonlar

üzerine yapılan klinik çalışmalar zirkonya-rezin siman ara yüzündeki bağlantının zayıf olması nedeniyle ikincil çürük ve alt yapıda kırılmalar gibi bazı sorunlara işaret etmektedir⁵ ve bağlanmayı güçlendirmeye yönelik olarak çeşitli yöntemler denenmektedir. Tüm bu sorunlar göz önüne alınarak planlanan çalışmamızda, klinikte yaygın kullanılan yüzey işlemlerine alternatif bir yüzey işlemi olarak test ettiğimiz soğuk plazma uygulaması için, tam seramikler arasından zirkonya materyali çalışmanın ana malzemesi olarak tercih edilmiştir.

Günümüzde tıp, biyomedikal ve diş hekimliği alanlarında soğuk plazma uygulamalarının kullanımı yaygınlaşmaktadır.^{147, 151, 169} Uygulandıkları yüzeylerin yüzey enerjisi ve hidrofilitelerini artırarak, materyallerin adezyon özelliklerine katkıda bulunduğu bildirilmesi, soğuk plazmaların diş hekimliğinde kullanımına olan ilgiyi artırmaktadır.^{168, 218} Yapılan bazı çalışmalar, plazma ile yapılan yüzey modifikasyonunun ıslanabilirliği artırdığı ve yüzeydeki diğer moleküllerin adezyonu için aktif alanlar oluşturduğunu bildirmiştir.^{6, 170}

Son yıllarda, seramikler ile rezin siman arasındaki bağlanma dayanımını etkileyebileceği düşünülen soğuk plazma uygulamasının, alternatif bir yüzey işlemi olarak umut verici bir yöntem olabileceği ifade edilmektedir.¹⁷³

Tam seramiklerin rezin simanla bağlantısını geliştirmeye yönelik olarak plazma kaynaklı yüzey modifikasyon tekniklerinin de kullanılmaya başlandığı bazı çalışmalarda bildirilmiştir.^{101, 219} Yapılan bir çalışmada seramik yüzeyine atmosferik basınçta plazma uygulandıktan sonra yüzeyde oksijen artışına bağlı olarak karboksil gruplarının ortaya çıktığı ve yüzey hidrofilitelerinin arttığı gözlenmiştir. Böylece plazma uygulamasının adezyona katkıda bulunduğu belirtilmiştir.¹⁷⁰ Alümina seramikler ile yapılan başka bir çalışmada, plazma polimerizasyon yöntemi ile rezin siman bağlantısında artış elde edilmiştir.²¹⁹

Çökeliler ve ark.⁸ plazma aşındırma yöntemi ile feldspatik seramiklerin rezin bağlantısı ve seramiğin yüzey enerjisinin arttığını bildirmişlerdir.

Plazma polimer kaplamasının, kompozit rezin ile feldspatik porselen arasındaki bağlanmaya etkisi üzerine yapılan bir çalışmada ise, HF ve takiben silan uygulanan gruba göre daha düşük değer bulunsa da, plazmanın adezyonu artırabileceği bildirilmiştir.¹⁶⁹

Bu bilgiler göz önünde tutularak, bağlanma özelliklerini geliştirebilecek bir faktör olabileceği öngörülen soğuk plazma uygulamasının, simantasyon öncesi alternatif bir yüzey işlemi olarak uygulanabileceği düşünülebilir; ancak literatürde bununla ilgili daha fazla çalışmaya ihtiyaç duyulmaktadır. Atmosferik plazma uygulamalarının polimerler^{164, 169, 220} ve titanyum^{6, 218} gibi dental materyaller üzerinde adezyon etkisini inceleyen çalışmalar mevcuttur; ancak zirkonya-rezin siman bağlantısı hakkında sınırlı sayıda çalışmaya rastlanmıştır.^{173, 221} Bu nedenle çalışmamızda, zirkonyanın yüzey özellikleri ve bağlanma özelliklerine etkisini değerlendirmek için seçilen yüzey işlemlerinden birisi plazma uygulaması olarak belirlenmiştir.

Maddenin dördüncü hali olan plazmanın türünü etkileyen faktörler, ortam basıncı (düşük, atmosferik ve yüksek basınçlı), plazmayı oluşturacak gaz (hava, argon, helyum, oksijen) ve etkileşime giren partiküllerin sıcaklığıdır.¹³³ Atmosferik basınç plazma sistemlerinde, düşük basınç sistemlerinden farklı olarak, herhangi bir vakum haznesi veya ekipmanına gerek duyulmaz ve bu nedenle bu sistemler daha ekonomiktir. Atmosferik basınçta çalışan sistemlerden DBD plazmalarında iki metal plaka elektrot arasında plazma oluşturulmaktadır.¹³³ Bu yöntemde, plazmanın uygulandığı yüzey doğrudan elektrot etkisi görmekte ve plazma oluşumuna katılmakta; böylece ekstra yüzey modifikasyonu ile malzeme yüzeyinin diğer plazma sistemlerine göre daha fazla aktive olması sağlanmaktadır.¹³¹ Soğuk plazmaların, uygulama sırasında ısı artışına sebep olmaması nedeniyle, zirkonya seramiklerin yüzey modifikasyonunda kullanımının, zirkonyada farklı yüzey işlemleri sırasında ortaya çıkabilen faz dönüşümü ve düşük ısı bozunması faktörlerine bağlı sorunları azaltması açısından avantajlı olduğunu düşündüğümüzden, çalışmamızda soğuk, atmosferik basınçlı, DBD plazması kullanımı tercih edilmiştir.

Yaptığımız literatür incelemesi sonucunda, atmosferik basınçta çalışan, soğuk DBD plazması uygulanan ve soğuk plazma uygulaması sonucu zirkonya ile rezin siman arasında oluşan bağlantının, termal siklus sonrası uzun dönem başarısını inceleyen bir çalışmaya rastlanmamıştır. Yüzey işlemi olarak soğuk plazma kullanılan ve sonrasında termal siklus uygulanan tek çalışmada²²¹ ise, kullanılan plazma tipi ve buna bağlı olarak da ortaya çıkan modifikasyon şekli farklıdır. Bahsedilen çalışmada, düşük basınçta oluşturularak yüzeye gönderilen metan plazma ile yüzeyde ince bir

film tabakası kaplanması söz konusu iken, bizim çalışmamızda atmosferik basınç, yani daha yüksek basınçlı DBD plazması ile işlemin uygulandığı yüzey direkt karşıt elektrot gibi kullanılarak, doğrudan elektron deşarjı ile ilave yüzey modifikasyonu elde edilmesi amaçlanmıştır. Aynı zamanda, bu plazma türünün atmosferik basınçta, denge dışı şartlarda, ilave güç ünitesine ihtiyaç duyulmadan, yüksek güçlerde çalışabilme olanakları da,¹⁴² çalışmamızı farklı kılmaktadır. Özetle çalışmamız, atmosferik basınçlı DBD plazması ile hava ortamında, ilave bir gaz kullanmadan dental zirkonyum oksit yüzeyinde yüzey modifikasyonu yaparak rezin siman bağlanma dayanımını termal siklus etkisini de değerlendirerek inceleyen özgün bir çalışmadır.

Rezin simanlar ile seramikler arasındaki bağlantının başarısı, seramik yüzeyi ile rezin arasındaki kimyasal ve mikromekanik bağlantının başarısına bağlıdır.⁶⁹ Bu bağlantıyı artırmak için, seramik yüzeylerine simantasyon öncesi bazı yüzey işlemlerinin uygulanması gerekebilmektedir. Literatürde, zirkonya seramiklerin rezin simanla bağlantısını artırmaya yönelik olarak, cam faz içeren seramiklere kıyasla daha az yöntem önerilmiştir.²²² Bu amaçla yapılan önceki çalışmalarda, zirkonya seramiğin yüzey pürüzlülüğü ve yüzey enerjisini artıran fiziksel yöntemlerin yanı sıra, kimyasal yapısını değiştirmeyi amaçlayan işlemlerden de bahsedilmiştir.^{222, 223} Çalışmamızda da zirkonya seramiklerin rezin simanla bağlantısını artırmak amacıyla alternatif bir yüzey işlemi olarak düşündüğümüz soğuk plazma uygulaması, tek başına ve literatürdeki bazı diğer yöntemlerle kombine olarak gerçekleştirilmiş ve etkinliği araştırılmıştır.

Seramiklerde yüzey pürüzlendirme işlemi olarak tercih edilen yöntemlerden biri HF uygulamasıdır. Hidroflorik asit, cam faz içeren seramiklerde seramiğin silisyum içeren cam matrisini çözerek, lösit kristalleri çevresinde mikroandırkatların oluşmasını sağlar ve rezin simanın bu andırkatları doldurmasıyla etkin bir mikromekanik bağlantı sağlar.²²⁴ Ancak, yapısında cam içermeyen yoğun kristalin yapıdaki zirkonya seramiklerde bu yöntem ile yeterince pürüzlendirici etki elde edilememektedir.^{41, 84, 121, 225} Bu nedenle bu çalışmada yüzey pürüzlendirme işlemi olarak HF kullanılmamıştır.

Başka bir yüzey pürüzlendirme yöntemi olarak zirkonya seramiklere uygulanan elmas frezlerle aşındırma yönteminin ise bağlanma dayanımını önemli ölçüde

artırmadığını, hatta kontrol grubuyla benzer değerler elde edildiğini söyleyen çalışmalar mevcuttur.^{226, 227} Yüzey aşındırma yöntemlerinin zirkonya seramiklerde mikroçatlak oluşumuyla beraber faz dönüşümlerini de tetiklediği bilinmektedir.²²⁸ Kosmac ve ark.²²⁹ frezle aşındırma ve kumlama işlemlerini uygulayarak Y-TZP seramiklerin eğilme dayanımı üzerine etkilerini araştırdıkları çalışmalarında, frezle aşındırmanın tetragonal-monoklinik faz dönüşümünü tetikleyebileceğini bildirmişlerdir. Bu nedenle, bu çalışmada frezle aşındırma işlemi tercih edilmemiştir.

Zirkonya seramiklerde simantasyon öncesi yüzey pürüzlülüğünü artırmak için en sık kullanılan yöntem kumlama işlemidir.^{41, 66, 69, 110, 120} Kumlama işlemi sonucu, yüzey pürüzlülüğünün artması ile seramiğin yüzey enerjisi, ıslanabilirliği ve bağlanma alanı artarken, daha fazla hidroksil grubu açığa çıkar; böylece rezin simanla bağlanma dayanımı yükselir.^{69, 109} Farklı boyutlardaki Al₂O₃ partikülleri belirli mesafeden, belirli bir basınçla seramik yüzeyine uygulanır ve hem yüzeydeki kontamine olmuş organik atıklar uzaklaştırılmış, hem de mikromekanik bağlantı artırılmış olur.²³⁰ Bu avantajlarından dolayı ve klinikte en yaygın kullanılan yüzey işlemi olmasından ötürü, çalışmamızda tercih edilen yüzey işlemlerinden biri kumlama işlemidir.

Zirkonya yüzeyinin kumlama ile pürüzlendirilmesinde 50, 110, 125 ve 250 µm boyutlarındaki Al₂O₃ partikülleri kullanılabilen; ancak en sık 50 ve 110 µm tercih edilmektedir.^{84, 113, 231, 232} Bazı çalışmalar, kumlama işleminin zirkonya seramiklerde mikroçatlak oluşumunu başlatarak kırılma dayanımını düşürdüğünü ve zirkonya yüzey hasarını azaltmak amacıyla, kumlama basıncı ve partikül büyüklüğünün azaltılmasının etkili olacağını bildirmiştir.^{91, 232} Yapılan bir çalışmada, zirkonya seramik yüzeylerine 50 µm ve 110 µm boyutlarındaki Al₂O₃ partikülleri uygulanmış ve her ikisinin de bağlanmayı artırdığı; ancak partikül büyüklüğünün anlamlı bir fark yaratmadığı gösterilmiştir.²³³ Benzer konuda yapılan bir başka çalışmada da yine 50 µm boyutunda Al₂O₃ ile kumlamanın rezin siman bağlanma dayanımını anlamlı ölçüde artırdığı bildirilmiştir.¹⁷⁵ Bu bilgiler göz önünde tutularak çalışmamızda, yüzeydeki zararlı etkilerinin daha az olduğu düşünülen 50 µm boyutlarında Al₂O₃ partikülleri ile kumlama işlemi yapılmıştır.

Zirkonya seramiklerde bağlanma dayanımını artırmak için yapılan bir diğer yüzey işlemi ise, yüzeyi hem pürüzlendirmek hem de silika içeriğini artırmak amacıyla

uygulanan tribokimyasal silika kaplama işlemidir. Zirkonya yüzeyinde tribokimyasal silika kaplama yapan Rocatec uygulamasının bağlanma dayanımına etkisini değerlendirdikleri çalışmalarında Kern ve Wegner¹¹³ uygulama sonrası değerlerde önemli bir artış görmüş ve termal siklus sonrası değerlerde de fazla bir azalma görülmediğini bildirmişlerdir. Bununla beraber, bu işlemin bağlanma dayanımı üzerinde önemli bir etkisi olmadığını söyleyen çalışmalar da mevcuttur.^{107, 234} Tanaka ve ark.¹⁰⁷ bu durumu, zirkonyanın yüzey sertliğinin yüksek olması ve bu nedenle yeterli oranda silika ile örtülememesi ile açıklamışlardır. Matinlinna ve ark.¹²³ da zirkonya yüzeyine uygulanan bu silika tabakasının yüzeye bağlantısının zayıf bağlarla gerçekleştiğini ve bu nedenle zamanla yüzeyden ayrıldığını bildirmişlerdir. Tüm bu dezavantajlarının yanı sıra yöntemin pahalı olması, özel ekipman gerektirmesi ve klinik diş hekimliğinde yaygın kullanıma sahip olmaması nedeniyle, çalışmamızda tribokimyasal silika kaplama yöntemine yer verilmemiştir.

Zirkonya seramiklerde bağlanma yüzeyinin kimyasal modifikasyonu amacıyla uygulanan diğer bir yüzey işlemi ise çeşitli yapıdaki bağlayıcı ajanların uygulanmasıdır. Silan bağlayıcı ajanlar ve primerler bu amaçla kullanılmaktadır. Silanlar cam faz içeren seramiklerde, yüzeydeki silika ile reaksiyona girip siloksan ağı oluşturarak bağlanma dayanımını artırırken, silika içermeyen zirkonya esaslı seramiklerde aynı etkiyi gösterememektedirler.¹¹⁰ Zirkonya seramiklerde silan bağlayıcı ajan uygulaması ile bağlanma değerlerinde elde edilen hafif artış, yüzeyin ıslanabilirliğinin artmasıyla açıklanmıştır.²³⁵ Bazı çalışmalarda, sadece silan uygulamasının bağlantı gücünü azalttığı bile bildirilmiş, zirkonya seramiklerin silanla kimyasal reaksiyona girmemesine karşın oluşan bu etkinin, silan uygulanmış yüzeyin neme karşı stabil olmaması ile ilişkili olabileceği söylenmiştir.¹⁰¹ Bir diğer kimyasal ajan olarak bahsettiğimiz primerler de rezin siman bağlanma dayanımını artıran uygulamalardır ve zirkonya alt yapılı restorasyonlarda MDP fosfat monomeri içeren primerlerin kullanımı önerilmektedir.²³⁶ Chen ve Suh¹⁰⁸ yaptıkları çalışmada, Metal/Zirconia Primer, Monobond Plus, Clearfil Ceramic Primer, Signum Zirconia Bond, AZ Primer ve Z-prime Plus gibi fosfat monomer içeren zirkonya primerlerin, zirkonya-rezin siman bağlanma dayanımı çalışmalarında sıklıkla kullanıldığını ve hem başlangıç, hem de uzun dönem bağlanma dayanımı değerlerini artırdığını belirtmişlerdir.

Rezin simanların, primer uygulaması ile birlikte kullanıldığı çalışmalarda, primer ile simanın ıslatabilirliği ve seramik yüzeyi ile etkileşiminin arttığı belirtilmiştir. Koizumi ve ark.²³⁷ altı farklı rezin siman ve üç farklı içerikli primer kullandıkları ve zirkonya esaslı seramiklere bağlanma özelliklerini karşılaştırdıkları çalışmalarında, MDP içeren rezin siman ve primerlerin daha yüksek bağlanma dayanımı sağladıklarını; ancak bu durumun klinik açıdan yeterli olabilmesi için mekanik yüzey işlemleri ile desteklenmesi gerektiğini bildirmişlerdir. Yapılan bir çalışmada, 50 µm boyutlarındaki Al₂O₃ tanecikleri ile kumlama işlemini takiben primer uygulanmış ve bağlanma dayanımında artış görülmüştür. Aynı çalışmada, tek başına primer uygulamasının uzun dönemde etkili bir yöntem olmadığı da belirtilmiştir.²³⁸ Thompson ve ark.⁹⁴ da, farklı yüzey işlemleri ve kimyasal ajanların kullanıldığı benzer bir çalışmada, kumlama sonrası primer uygulamasının en yüksek bağlanma dayanımı değerleri ortaya koyduğunu belirtmişlerdir. Bir başka çalışmada ise, 3-MPS ile 10-MDP'nin solüsyonda bir arada bulunmasının zirkonya-rezin siman bağlantısını önemli ölçüde artırdığı bildirilmiştir.¹⁰⁴ Toman ve ark.²³⁹ nın zirkonya-rezin siman bağlanma dayanımı üzerine farklı yüzey hazırlama yöntemlerinin etkilerini inceledikleri bir çalışmada, Clearfil Ceramic Primer ve Metal/Zirconia Primer olmak üzere iki ayrı primer kullanılmış, 3-MPS ile 10-MDP monomerinin solüsyonda bir arada bulunduğu Clearfil Ceramic Primer'in hem başlangıç, hem de termal siklus sonrası çok daha yüksek değerler ortaya koyduğu bildirilmiştir. Çalışmamızda, bu bilgiler ve kullandığımız rezin siman için geçerli üretici talimatları da dikkate alınarak, MDP ve 3-MPS içerikli bir primer ajanı, yüzey işlemi olarak hem tek başına, hem de kumlama ve soğuk plazma ile kombine şekilde kullanılmıştır.

Soğuk plazma uygulamalarında, plazma oluşturma yöntemi, kullanılan gaz tipi ve uygulama parametrelerindeki değişikliklerin farklı sonuçlara yol açabileceği bilinmektedir.^{100, 221} Birçok çalışmada plazma uygulama süresinin sonuçlar üzerinde farklı etkileri olduğu belirtilmektedir.^{1, 6, 220} Bu bilgi göz önüne alınarak çalışmamızda, hangi uygulama süresinin en uygun olduğuna karar verebilmek adına ön çalışma olarak 15, 30, 45, 60, 75, 90 ve 120 sn olmak üzere farklı uygulama süreleri denenmiş ve temas açısı ölçümleri sonucu zirkonyum oksit yüzeyi için optimum sürenin 90 sn olduğuna karar verilerek, çalışmamızdaki tüm plazmalı gruplarda eşit süre ile uygulama yapılmıştır.

Plazmanın alternatif bir yüzey işlemi olarak test edildiği çalışmalar incelendiğinde, plazmanın tek başına veya klinikte yaygın kullanılan yüzey işlemleri ile kombine olarak kullanıldığı görülmektedir. Çökeliler ve ark.⁸ oksijen plazma aşındırma yönteminin feldspatik seramiklerin rezin bağlantısı üzerine etkilerini değerlendirdikleri çalışmalarında, HF yüzey işlemi uygulaması ile plazma uygulamasını kombine olarak kullanmışlardır.

Plazma polimer kaplamasının, kompozit rezin ile feldspatik porselen arasındaki bağlanmaya etkisi üzerine yapılan bir çalışmada da, plazma polimer kaplaması yapılan örneklerin makaslama bağlanma dayanımları, klinikte yaygın kullanılan yüzey işlemi olan HF+silan uygulaması ile karşılaştırılarak değerlendirilmiştir.¹⁶⁹ Valverde ve ark.¹⁷³ da, Y-TZP seramikler üzerine 10 sn soğuk, argon plazma uyguladıkları çalışmalarında kumlama-plazma ve primer-plazma kombinasyonu içeren deney grupları oluşturmuş ve mikrogerilme bağlanma dayanımı sonuçlarında artış sağlandığını bildirmişlerdir. Soğuk plazmanın farklı yüzey işlemleri ile kombinasyonuna yönelik olarak literatürdeki çalışmalar değerlendirilerek, çalışmamızda zirkonya yüzey özellikleri ve rezin siman ile bağlanma dayanımı üzerine etkileri değerlendirilirken, rutinde uygulanan diğer yöntemlerle de kıyaslanabilmesi ve farklı yüzey işlemleri ile birlikte uygulandığında plazmanın nasıl bir etki yaratabileceğinin görülmesi adına, kumlama, primer ve kumlamayı takiben primer uygulanan grupların plazma ile kombinasyonları şeklinde belirlenen gruplar çalışmamıza dâhil edilmiştir. Ek olarak, plazmanın uygulama sırasının nasıl bir etki yaratacağını değerlendirebilmek için de, plazmanın hem kumlanmış hem de işlemsiz yüzeylerde, primerden önce uygulandığı PPr ve KPPr grupları da çalışmada yer almıştır.

Uygulanan yüzey işlemlerinin, temas açısı ve yüzey pürüzlülüğü üzerine etkisi, zirkonyanın rezin siman ile bağlantısını etkileyen faktörlerdendir. Kuvvetli bir rezin bağlantısı için, yüzeyin kimyasal aktivasyonunun yanı sıra, mikromekanik kilitlenme mekanizması da oldukça önemlidir; ki bu da temel olarak yüzey pürüzlülüğü ve yüzey alanının artışı ile gerçekleşir.²⁴⁰ Homojen ve stabil bir bağlantının oluşması ayrıca, seramik yüzeyinin ıslanabilirliği ile de doğrudan ilişkilidir.^{175, 176} İdeal ıslanabilirlik için, seramik yüzeyinin yüzey enerjisi, likit adezivinkinden yüksek ve yüzeyin adeziv ile yaptığı temas açısı düşük olmalıdır. Bu nedenle temas açısı ölçümleri, ara

yüzeydeki gerilim ve yüzey ıslanabilirliğini değerlendirmek için önemlidir.¹⁷⁷ Bu bilgilere dayanarak çalışmamızda, uygulanan yüzey işlemleri sonrası yüzey pürüzlülüğü ve temas açısı değişimleri incelenmiştir.

Profilometre cihazları, yüzey pürüzlülüğü değerlerini rakamsal olarak verebilen, kullanımı kolay ve dental materyallerin yüzey pürüzlülük ölçümleri için sıkça tercih edilen cihazlardır.^{178, 179} Bu nedenle çalışmamızda, yüzey pürüzlülüğü ölçümlerini gerçekleştirmek için profilometre cihazı kullanılmıştır.

Uygulanan yüzey işlemleri sonrası, yüzeylerin kimyasal yapılarında gerçekleşen değişimler de bağlanmayı etkileyebileceğinden, özellikle plazma uygulaması sonrası yüzeydeki elementlerin yüzdelerinde nasıl bir değişim olduğunu belirlemek ve bunun bağlanmaya olan etkilerini yorumlayabilmek önemlidir. Çalışmamızda, yüzeyin elementel kompozisyonunu incelemek amacıyla, EDX elementel analiz inceleme metoduna kıyasla, malzemenin en üst yüzeyini nanometre derinliğinde inceleyerek yüzeydeki kimyasal kompozisyon hakkında daha güvenilir veriler sunan XPS analizi kullanılmıştır.

Adeziv rezin simanlar uygulanma tekniklerine göre total-etch ve self-etch sistemler olarak piyasada bulunmaktadır. Çalışmalar^{241, 242} genel olarak total-etch sistemlerin daha yüksek bağlanma dayanımı değerleri sağladığını gösterse de, total-etch ve self-etch sistemlerin, zirkonya- rezin siman bağlanma dayanımı açısından anlamlı bir fark oluşturmadığını; ancak bu iki tip rezin simanın rezin modifiye cam iyonomer simanlardan çok daha yüksek bağlanma dayanımı oluşturduğunu gösteren çalışmalar da mevcuttur.^{243, 244}

Adeziv simantasyonda, her bir aşamanın ayrı ayrı uygulandığı total-etch sistemlerin uygulama zorluğu ve zaman kaybı gibi dezavantajlarının yanı sıra, diğer sistemlerle kıyaslandığında bağlanma dayanımlarında bariz bir fark ortaya koymaması, self-etch adeziv sistemlerin yaygınlaşması sonucunu doğurmuştur.²⁴⁵ Bu çalışmada da yukarıdaki bilgiler ışığında, klinik uygulaması kolay ve klinik kullanımı yaygın olan self-etch adeziv bir rezin siman kullanılmıştır.

Zirkonya seramikler ile rezin siman arasındaki bağlanmada, rezin simanın kimyasal içeriği de oldukça önemlidir. Fosforik asit ve 10-MDP içerikli rezin simanların, zirkonya yüzeyindeki metal oksitlerle daha yüksek bağlanma sağladığı ve

Bis-GMA içerikli rezin simanlara göre daha iyi tutuculuk sağladıkları gösterilmiştir.^{246, 247} Kern ve Thompson,⁶⁶ zirkonya seramiklerin simantasyonu üzerine yaptıkları bir çalışmada, Bis-GMA içerikli rezin simanların tutuculuklarının zayıf olduğunu ve ancak bazı yüzey işlemleri ile artırılabilirliğini ortaya koymuşlardır. Kern ve Wegner,¹¹³ MDP içeren rezin simanların kumlanmış zirkonya seramik yüzeyine Bis-GMA rezin simanlardan daha iyi bağlandığını görmüşlerdir. MDP, yapısındaki fonksiyonel fosfat ester grubu sayesinde asite dirençli seramiklerde bulunan metal oksitlerle doğrudan bağlantı kurabilme özelliğine sahiptir.¹¹⁴

Zirkonya seramiklere herhangi bir yüzey işlemi yapılmadan, farklı rezin siman sistemlerinin karşılaştırıldığı bir bağlanma dayanımı çalışmasında, 10-MDP içerikli rezin simanların daha yüksek bağlanma dayanımına sahip olduğu sonucuna varılmıştır.¹⁷⁶ Blatz ve ark.¹⁰⁹ da benzer bir çalışmada, 10-MDP içerikli rezin simanların, fosfat monomeri içermeyen, fosforik asit içerikli rezin simanlara göre daha yüksek bağlanma dayanımı gösterdiklerini bulmuşlardır. Lee ve ark.²⁴⁸ zirkonya seramiklerin simantasyonunda fosforik asit içeren Rely X Unicem ve 10-MDP monomeri içeren Panavia F2.0 rezin simanlarını karşılaştırdıkları bir çalışmada, Panavia F2.0'in daha yüksek bağlanma dayanımı değerleri ortaya koyduğunu belirtmişlerdir. Literatürde, bahsettiğimiz bu çalışmalara ilave olarak, MDP içerikli rezin simanların zirkonya seramik restorasyonların adeziv simantasyonunda oldukça etkili olduğunu, uzun dönem yüksek tutuculuk ve bağlanma için önerildiğini belirten başka bir çok çalışma da bulunmaktadır.^{119, 249} Yapılan çalışmalar göz önünde bulundurularak bu çalışmada da, klinikte sıkça kullanılan, zirkonya seramiklerin simantasyonunda önerilen 10-MDP monomer içeriğine sahip, self etch-adeziv sistemli, dual-cure bir rezin siman olan Panavia F 2.0 tercih edilmiştir.

Dual-cure, yani hem ışıkla hem de kimyasal olarak polimerize olan rezin simanlarda, ışığın tam olarak ulaşmadığı bölgelerde polimerizasyonun tamamlanması için yaklaşık 24 saat gerekmektedir.⁶⁹ Price ve Hall,²⁵⁰ adeziv rezin siman örneklerin 10 dk ile 24 saat suda bekletilmesini karşılaştırmış, 24 saat suda bekletilen örneklerin bağlanma değerlerinin anlamlı ölçüde yüksek olduğunu bildirmişlerdir. Bizim çalışmamızda da simantasyon sonrası, makaslama bağlanma dayanımı testi uygulamadan önce örnekler etüvde, 24 saat, 37 °C distile suda bekletilmiştir.

Materyallerin test edilmesi, piyasaya yeni sürülen ürünlerin değerlendirilmesi açısından en uygun çalışmalar in vivo şartlarda yapılan klinik çalışmalardır; ancak bunların takibi oldukça zor ve maliyetleri de yüksektir.²⁵¹ Bu çalışmaların bir başka dezavantajı da, bireysel farklılıklara bağlı standardizasyonun ve buna bağlı olarak da olumsuz sonuçların kaynağını belirlemenin güç olmasıdır. Bu nedenle birçok çalışmada, kolay, hızlı, ucuz ve standardizasyonu sağlamanın kolay olduğu in vitro testler kullanılmaktadır.^{86, 252}

Restorasyon ile rezin siman arasındaki bağlantının laboratuvar şartlarında değerlendirilmesinde kullanılan in-vitro testler makaslama, mikromakaslama, çekme, mikroçekme testleridir.^{194, 253} Bunlardan en sık kullanılanlar ise, makaslama ve çekme testleridir.

Çekme testinde, kuvvet uygulaması sırasında düzensiz stres dağılımları olmaktadır.²⁵⁴ Bottino ve ark.¹²¹ mikroçekme testinin daha küçük bir alanda, homojen bir yüzey oluşturarak güvenilir sonuçlar sağladığını söylemiş olsalar da, klinik şartlarda siman film kalınlığının her bölgede aynı derecede homojen olduğunu söyleyebilmek zordur. Bu nedenle, ideal şartlarda elde edilen yüksek bağlanma dayanımı değerleri klinik açıdan yanıltıcı olabilir.

Makaslama testleri, kolay uygulanabilir olması, hızlı sonuçlar vermesi, klinik uygulamada oluşan kuvvetleri daha iyi taklit edebilmesi ve kuvvet uygulaması sırasında daha az sapma olması gibi avantajlarıyla birçok çalışmada kullanılmıştır.^{101, 109, 231} Makaslama testinde kullanılacak ucun yaklaşım hızı, sonuçların doğru olarak elde edilebilmesi açısından önemlidir. ISO/TS 11405 standartlarında bu hız $0,75 \pm 0,30$ mm/dk olarak bildirilmiştir. Bu değerler üzerindeki hızların kullanımı anormal stresler oluşturarak, materyal içinde koheziv kırıklara yol açar ve bağlanma dayanımının doğru olarak tespit edilmesini zorlaştırır.¹⁹⁸ Çalışmalarda genellikle bıçak sırtı şeklinde, küt bir uç kullanılmış ve yaklaşım hızı 0,5-1 mm/dk olarak belirlenmiştir.^{202, 255} Lindemuth ve Hagge²⁵⁶ de yaptıkları bir çalışmada, kullanılan ucun yaklaşım hızı için en uygun değer 0,5 mm/dk olduğunu bildirmiştir. Literatürdeki bu bilgilere dayanarak, çalışmamızda da makaslama bağlanma dayanımı testi kullanılmış ve ucun yaklaşım hızı 0,5 mm/dk olarak belirlenmiştir.

Ağız ortamındaki sıcaklık değişimlerini taklit etmek, seramik-rezin siman bağlantısının bu değişimlere bağlı olarak uzun dönemde nasıl etkileneceğini saptamak ve rezin simanların uzun dönem klinik performanslarını değerlendirmek adına, yapay yaşlandırma yöntemleri çalışmalarda sıkça tercih edilmektedir. Termal siklus ve sabit ısıda uzun süreli suda bekletme yöntemleri en çok kabul gören yöntemler olmakla birlikte, ağız içi sıcaklık değişimlerini en iyi taklit edebilen ve bu nedenle en çok tercih edilen yöntem termal siklustur.^{69, 203, 209, 257}

Termal siklus iki şekilde yaşlandırma etkisi yapmaktadır. Sıcak su arayüzdeki bileşenlerin hidrolizine sebep olurken, parçalanma ürünleri ile zayıf polimerize rezin oligomerlerin açığa çıkmasını hızlandırır.^{208, 209} Diğer mekanizma ise restorasyon materyalinin termal büzülme/genleşme katsayısının, diş dokusuna göre yüksek olmasından kaynaklanan, diş-biyomateryal arayüzünde tekrarlanan büzülme/genleşme streslerine bağlı ortaya çıkmaktadır. Bu streslerin, bağlanma ara yüzeyinde çatlak oluşumu ve ağız sıvılarının bu çatlaklar içerisine sızması gibi sonuçları söz konusudur.²¹⁰ Bu etkileri değerlendirmek için çalışmamızda yaşlandırma prosedürü olarak termal siklus uygulaması tercih edilmiştir.

Bağlanma dayanımı ve mikrosızıntının değerlendirilmesinde, ISO standartlarının önerdiği 500 döngü yeterli bulunmamış ve 10000 siklusun, ağız içindeki 1 yıllık kullanımına denk geldiği bildirilmiştir.²⁵⁸ Başka bir çalışmada ise, 5-55 °C arasında 6000 ile 12000 kez termal siklus uygulamanın bağlanma dayanımları sonuçları açısından bir fark oluşturmadığı sonucuna ulaşılmıştır.²⁵⁹ Bu çalışmalar göz önünde bulundurularak çalışmamızda, materyalin ağız içinde 6 aylık kullanımına denk gelen 5000 kez termal siklus uygulanmıştır.

Bağlanma dayanımı testleri yapıldıktan sonra, SEM ya da stereomikroskop ile bağlanma yüzeylerinin incelenmesi sonucu rezin siman ile seramik ara yüzeyindeki kopma tipinin belirlenmesi, kullanılan seramik ve adeziv rezin simanın klinik performansı hakkında fikir veren önemli bir analizdir²⁰²⁻²⁰⁴ ve birçok bağlanma dayanımı çalışmasında incelenmektedir. Bizim çalışmamızda da, soğuk plazma uygulamasının zirkonya-rezin siman arasındaki bağlanmaya etkilerini daha detaylı gözlemlemek adına makaslama bağlanma testi uygulanan tüm örneklerde bağlanma yüzeyleri stereomikroskopla incelenerek kopma tipleri belirlenmiştir.

Çalışmamızda elde edilen yüzey pürüzlülüğü bulguları istatistiksel olarak değerlendirildiğinde, kullanılan farklı yüzey işlemlerinin yüzey pürüzlülüğü üzerine etkisinin istatistiksel olarak ileri derecede anlamlı olduğu görüldü ($p < 0,001$) ve bu işlemlerin yüzey pürüzlülüğüne etkisi olmadığını ön gören sıfır hipotezi reddedildi.

Pürüzlülük sonuçlarına genel olarak bakıldığında kumlama yapılmamış zirkonyum oksit yüzeylerine sahip olan Z, ZP, PR, PrP ve PPr gruplarının, kumlanmış zirkonyum oksit yüzeylerine sahip olan K, KP, KPr, KPrP, KPPr gruplarından belirgin olarak daha düşük pürüzlülük değerlerine sahip olduğu görülmektedir. Bu sonuç, genel manada bakıldığında literatürdeki bir çok çalışma^{175, 260, 261} ile uyumlu olarak kumlama işleminin yüzeyi pürüzlendirici agresif etkisini doğrularken, plazma uygulamasının, kumlama işlemi seviyesinde pürüzlendirici bir etki ortaya koyamadığını göstermektedir.

Soğuk plazma uygulamasının yüzey pürüzlülüğüne etkisi grup bazında değerlendirildiğinde ise, Z ve ZP grupları hariç, diğer gruplarda en son tabaka olarak plazma uygulamasının istatistiksel olarak anlamlı bir fark yaratmadığı görüldü. Literatürde tam seramikler üzerine soğuk plazmanın etkisini inceleyen benzer çalışmalar değerlendirildiğinde, Vechiato-Filho ve ark.nın lityum disilikat²⁶² ve zirkonya²²¹ seramik yüzeylerinde yaptığı farklı çalışmalarda, plazma uygulamasının yüzey pürüzlülüğü açısından anlamlı bir fark yaratmadığı belirtilmiştir. Yine Çökeliler ve ark.⁸ da feldspatik seramiklerde soğuk plazma uygulaması sonrası, kontrol grubuna göre anlamlı bir pürüzlülük artışı gözlenmediğini belirtmiştir. Bizim çalışmamızda da literatürle uyumlu olarak, tek bir grup hariç, son aşama olarak plazma uygulanan gruplarda yüzey pürüzlülük değerlerinin anlamlı olarak değişmediği görülmüştür. Vechiato-Filho ve ark.²²¹ nin zirkonya yüzeyine soğuk plazma uygulamasının yüzey pürüzlülüğünü etkilemediği yönündeki bulgusu ise, bizim çalışmamızın bulgularından biri olan Z ve ZP grupları arasındaki anlamlı fark ile örtüşmemektedir. Bu farklılığın, kullanılan plazma tipi, cihazı, uygulama süresi ve parametrelerinin farklılığından kaynaklanmış olabileceğini düşünmekteyiz. Çalışmamızdaki ile aynı plazma kaynağını kullanan Adımcı'nın tez çalışmasında, feldspatik seramiklerde 90 sn plazma uygulamanın, kontrol grubuna göre yüzey pürüzlülüğünde yaklaşık iki katı kadar bir artış yarattığı bildirilmiştir. Bizim bulgularımızda da benzer şekilde, 90 sn plazma uygulaması malzeme yüzeyinde anlamlı bir pürüzlülük artışına sebep olsa da,

Adımcı'nın tez çalışmasına kıyasla bu artışın daha düşük oranda olmasının zirkonya seramiklerin daha yoğun ve yüksek dirençli yapısından kaynaklandığını düşünmekteyiz. Pürüzlülükte meydana gelen artışın ise, plazma oluşumu sırasında çıkan elektronların yüzeye çarpması ile oluşan etching etkisine¹²⁷ bağlı olabileceği düşünülmektedir.

Plazma uygulaması ile elde edilen pürüzlülük artışı ZP grubunda istatistiksel olarak her ne kadar anlamlı olsa da, kumlama işlemi ile elde edilen pürüzlülük değerlerine göre çok daha düşüktür. Bu nedenle, klinik olarak değerlendirildiğinde plazma uygulamasının, yüzey pürüzlülüğü açısından kumlama işlemi kadar etkili olmadığı görülmüştür. K ve KP grupları arasındaki benzerliğin ise, pürüzlü yüzeylerdeki düzensizlikler sebebiyle, plazmanın aşındırıcı etkisinin daha çok yüzeydeki pürüzlerin tepe noktalarında gerçekleşmesi ve sonuç olarak düz yüzeyler üzerinde yarattığı kadar pürüzlülük artışı yaratamamasına bağlı olduğu düşünülmektedir.

Plazmanın primerden önce uygulandığı gruplar (PPr ve KPr), bu grupların plazmasız halleri (Pr ve KPr) ile karşılaştırıldığında pürüzlülükte görülen anlamlı artış, plazmanın taban malzeme üzerinde yarattığı ortalama pürüzlülük artışı (Z-ZP, K-KP farkı) ve ayrıca temas açısındaki azalmaya bağlı olarak primerin daha ince bir tabaka olarak yayılması durumu ile uyumlu görünmektedir.

Primer üzerine plazma uygulanan gruplar, aynı grupların plazmasız halleri ile karşılaştırıldığında (Pr-PrP ve KPr-KPrP) pürüzlülükteki değişimin anlamlı olmadığı yönünde bir sonuç olarak algılanmaktadır. Ancak literatüre baktığımızda, polimerik malzemelerin, inorganik seramiklere nazaran soğuk plazma uygulaması ile daha kolay ve kısa sürede pürüzlendirilebildiği görülmektedir.^{1, 263} Zirkonya yüzeyinde pürüzlendirici bir etkiye sahip olan 90 sn plazma uygulamasının primer üzerinde etkisiz kalması, çalışmamızın şaşırtıcı bir sonucu olarak görünse de, esas nedenin gereğinden uzun süre uygulanan plazmanın, yüzey üzerinde kendi oluşturduğu pürüzleri tekrar aşındırarak yüzeyi düzleştirici bir etki yapmasından kaynaklandığını düşünmekteyiz. Vechiato-Filho ve ark.²²¹ nin soğuk metan plazma uygulayarak yaptıkları çalışmada, primer uygulaması sonrası plazma işlemi, yüzey pürüzlülüğünü düşürmüştür. Ancak bahsedilen bu çalışmada, bizim çalışmamızdan farklı olarak,

plazma ile yüzeyde ince bir film tabakası oluşturulduğundan, primeri kaplayan bu film tabakasının farklı yüzey özellikleri göstererek primerden daha pürüzsüz bir yapı oluşturması söz konusudur.

Çalışmamızda, kumlanmamış zirkonya yüzeyine primer uygulaması (Z-Pr farkı) pürüzlülükte anlamlı bir fark yaratmamıştır. Buna karşın, kumlanmış yüzeye primer uygulandığında (K-KPr farkı), pürüzlülükte anlamlı bir azalma görülmüştür. Bu durum, primerin mikroretantif alanları doldurucu etkisi ile açıklanabilir.

Çalışmamızda elde edilen temas açısı ölçüm bulguları istatistiksel olarak değerlendirildiğinde, kullanılan farklı yüzey işlemlerinin temas açısı üzerine etkisinin istatistiksel olarak ileri derecede anlamlı olduğu görüldü ($p < 0,001$) ve bu işlemlerin temas açısı üzerinde etkisi olmadığını ön gören sıfır hipotezi reddedildi.

Temas açısı ölçüm sonuçlarına genel olarak bakıldığında, plazma uygulanmamış gruplara ait (Z, K, Pr, KPr) temas açısı değerlerinin, aynı grupların plazmalı hallerine (ZP, KP, PrP, KPrP) göre belirgin biçimde daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu sonuç, literatürde yer alan ve soğuk plazma uygulamalarının seramik yüzeylerinde ıslanabilirlik ve yüzey enerjisi artışına yol açtığını bildiren çalışmalarla örtüşmektedir.^{6, 173, 221, 262} Temas açısında görülen bu azalmanın, Valverde ve ark.¹⁷³ nın bildirdiği ve çalışmamızda yapılan XPS analizi sonuçlarında da görüldüğü gibi, plazma uygulaması sonrası, gruplara ait oksijen elementi atomik yüzdesi ve buna bağlı olarak polar bileşenlerin artmasına bağlı olarak gerçekleştiği düşünülmektedir. Yüzeydeki fazla oksijen, C-O ve C-OH gibi fonksiyonel grupların seramik yüzeyine dâhil edilmesini sağlayan aktif peroksit radikallerini üreterek yüzey hidrofobitesinin azalmasına katkıda bulunur.^{6, 173, 264} Valverde ve ark.¹⁷³ hem işlem görmemiş hem de kumlanmış zirkonya, Silva ve ark.⁶ ise, titanyum ve Y-TZP yüzeylerinde soğuk plazma uygulamasının etkilerini inceledikleri çalışmalarında, yüzey enerjisi ile ıslanabilirliğin artmış olduğunu ve bu durumun esas olarak polar bileşenlerdeki artışa bağlanabileceğini söylemişlerdir. Çalışmamızda da, plazmalı gruplarda görülen temas açısı azalmasının, plazma uygulaması sonrası yapılan XPS analizi sonuçlarında görülen oksijen artışıyla da desteklendiği üzere, polar bileşen ve hidrofilitte artışı ile ilgili olduğu düşünülmektedir.

Çalışmamızda Pr ile KPr gruplarının temas açısı değerlerinde, bunların primer uygulanmamış hallerine (Z ile K) göre görülen anlamlı azalma, literatürde belirtildiği gibi^{119, 265} primerin kimyasal yapısına bağlı olarak temas açısını azaltıcı, yüzey enerjisi ve ıslatılabilirliğini artırıcı etkisi ile açıklanabilir. Ancak ZP ve KP gruplarında, Pr ve KPr gruplarına göre temas açısında daha fazla bir düşüş olması, plazma uygulamasının temas açısını azaltmada, primer uygulamasından çok daha etkili olduğu sonucunu göstermektedir.

Sonuçlar klinik anlamda değerlendirildiğinde, temas açısı bakımından en avantajlı grupların, KP ve ZP olduğu, bu grupların üzerine primer uygulaması sonrasında bu değerlerde artış görüldüğü saptandı. Plazma ve primer işlemlerinin bir arada uygulandığı gruplarda ise, plazmanın uygulama sırasının sonuçları etkilediği görüldü. Plazmanın primerden önce uygulandığı PPr ve KPPr gruplarının temas açısı değerleri, primerden sonra uygulandığı PrP ve KPrP gruplarına göre anlamlı olarak daha yüksekti. Bu durum, XPS analiz sonuçlarımızda da görüldüğü üzere, plazma uygulandığında artan oksijen atom hacmi yüzdesi ve buna bağlı oluşabilecek hidroksil gruplarının, plazmanın son aşama olarak uygulandığı gruplarda belirgin olarak daha yüksek oranda bulunması ve böylece ıslanabilirliği daha çok artırması bulgusu ile örtüşmektedir.

Çalışmamızda elde edilen makaslama bağlanma dayanımı ölçüm bulguları istatistiksel olarak değerlendirildiğinde, tek başına yüzey işlemi, tek başına termal siklus ve ikisinin ortak etkisinin, makaslama bağlanma dayanımı üzerine etkisinin istatistiksel olarak ileri derecede anlamlı olduğu görüldü ($p < 0,001$) ve bu işlemlerin bağlanma dayanımı üzerinde etkisi olmadığını ön gören sıfır hipotezleri reddedildi.

Termal siklus uygulanmayan gruplar değerlendirildiğinde, en düşük bağlanma dayanımı değerlerinin Z grubunda olduğu, K grubu makaslama bağlanma dayanımı ortalamasının Pr grubu ile benzer olduğu görüldü. Valverde ve ark.¹⁷³ bir çalışmada Clearfil Ceramic Primer uygulanan grup ile kumlama yapılan grup için, Yi ve ark. da karboksilat ve MDP monomer içeren Z-PRIME Plus uygulanan ve 50 μm Al_2O_3 ile kumlama yapılan gruplar için elde edilen bağlanma dayanımı değerlerinin benzer olduğunu bildirmişlerdir.²⁶⁶ Çalışmamızın sonuçları da, literatürdeki bu bilgilerle örtüşmektedir.

Çalışmamızda K grubu bağlanma dayanımı değerlerinin Z grubuna göre anlamlı artış göstermesinin nedeni, kumlama sonucu yüzeydeki pürüzlülük ve yüzey enerjisinin artması^{259, 260} ve buna bağlı olarak da rezin simanın yüzeyi ıslatabilirliğindeki iyileşme ile daha güçlü bir mikromekanik bağlanma sağlanması ile açıklanabilir.^{114, 267} Pr grubunda kontrol grubuna kıyasla görülen artış ise, primer uygulaması ile seramik yüzeyin ıslanabilirliğinin artmasıyla beraber, MDP monomerde bulunan fonksiyonel fosfat ester gruplarının, zirkonya seramik yüzeyinde bulunan hidroksil grupları ve metal oksitlerle direkt bağ kurması, metakril grubu ile de rezin siman içeriğindeki monomerlerle bağlantı sağlaması etkisiyle açıklanabilir.^{109, 110, 268}

Çalışmamızda, klinikte yaygın olarak tercih edilen KPr grubu bağlanma dayanımı değerleri, Z, K ve Pr gruplarına nazaran daha yüksek bulunmuştur. Bu durum literatür bilgisi ile uyumlu olarak kumlama ile elde edilen yüzey pürüzlülüğü, bağlanma yüzey alanı ve yüzey enerjisindeki artışa bağlı primer ve rezin simanın yüzeyi ıslatabilirliğinin artması, yüzeydeki organik artıkların giderilmesi dışında, kumlanmış zirkonya yüzeyinde daha fazla sayıda metal oksit açığa çıkması ve bunların primer içeriğindeki MDP monomerin fosfat grupları ile oluşturduğu kimyasal bağlar ile açıklanabilir.^{60, 238, 265} Thompson ve ark.⁹⁴ da, farklı yüzey işlemleri ve kimyasal ajanların bağlanma dayanımına etkisini inceledikleri çalışmalarında, kumlama sonrası primer uygulamasının en yüksek bağlanma dayanımı değerleri ortaya koyduğunu belirtmişlerdir.

Soğuk plazma uygulamasının bağlanma dayanımı üzerindeki etkisi değerlendirildiğinde, ZP grubu bağlanma değerlerinin Z'ye göre anlamlı artış gösterdiği ve bu sonucun, Z ve ZP grupları arasındaki anlamlı temas açısı azalması ve yüzey pürüzlülük artışı ile uyumlu bir bulgu olduğu gözlemlendi. Plazmanın seramik yüzeyindeki kimyasal etkisi ile ilgili farklı çalışmalarda, farklı mekanizmalardan bahsedilmiştir. Plazma uygulaması sırasında kullanılan gazın, aktif peroksit radikallerini (R-O-O-) artırdığı ve seramik yüzeyine ilave fonksiyonel grupların dahil olmasını sağladığı; böylece Y-TZP gibi inert materyallerde bile yüzeyde kimyasal değişiklere yol açtığı bilinmektedir.^{6, 7, 133} Bunun yanı sıra literatürde, plazmada bulunan oksijenin C-H ve C-C bağlarını kırarak, yüzeydeki organik atıkları da uzaklaştırdığından ve bunun da hidrokarbon bileşeninin adsorbsiyonunu azaltarak,

yüzeyin ıslanabilirliğini artırdığından bahsedilmiştir.^{6, 86, 133} Yaptığımız çalışmanın XPS analiz sonuçlarında, son aşama olarak plazma uygulanan gruplarda görülen C atom yüzdesindeki azalma ile oksijen atom yüzdesindeki artış ve literatürdeki bu bilgiler göz önünde tutularak, ZP grubunda soğuk plazma uygulamasının, bağlanma dayanımı değerlerinde kontrol grubuna göre anlamlı bir artış sağlaması, seramik yüzeyinde gerçekleşen bu kimyasal etkileşimlere bağlı olarak, temas açısındaki azalma ve yüksek ıslanabilirlikle açıklanabilir.

Çalışmamızda, en yüksek bağlanma dayanımı değerleri plazma sonrası primer uygulanan PPr grubuna aittir ve diğer tüm gruplardan anlamlı düzeyde yüksek bulunmuştur. Plazma uygulanan yüzeyde, artan oksijen atom yüzdesi ve polar bileşenlere bağlı olarak, zirkonya yüzeyinin hem primer, hem de rezin siman tarafından ıslanabilirliği ve ayrıca, oksijen artışı ile ortaya çıkan OH⁻ gruplarının, seramik yüzeyi ile MDP monomerin asidik fosfat grupları arasında gerçekleşen asit-baz reaksiyonlarını artırması bağlanmadaki artışı sağlayan etkilidir.^{6, 114} Yapılan bir çalışmada,⁶ likit olarak primer kullanılan temas açısı ölçümlerinde, açının plazma uygulanan zirkonya yüzeylerinde 0°'ye düştüğü, yani yüzeyin primer ile tamamen ıslatılabilir hale geldiği bildirilmiştir. Vechiato-Filho ve ark.²²¹ yaptıkları bir çalışmada, plazma sonrası primer uygulanan ve Panavia F 2.0 ile simante edilen grupta oldukça yüksek bağlanma dayanımı değerleri görüldüğünü bildirmişlerdir. Bahsedilen bu çalışmada, sadece soğuk plazma uygulanan grup ile primeri takiben soğuk plazma uygulanan grupta, havadan absorbe olan N ve O atomları arasında, doymamış C bağlarından (C=C ve C≡C) kaynaklanan kasıtsız bir birleşme söz konusu olduğu ve bu durumun, C-O, C=O, C-N, O-N gibi bağların sayısındaki azalma ile, polar bileşenlere afinitesi düşük bir yüzey oluşturduğu söylenirken, primerin plazmadan sonra uygulandığı grupta ise, N ve O atomlarındaki bu etkileşimin, daha hidrofilik bir yüzey oluşumu ile sonuçlandığı bildirilmiştir. Bu nedenle, tıpkı bizim çalışmamızın sonuçlarında görüldüğü gibi, plazma sonrası primer uygulanan gruplarda daha yüksek bağlanma dayanımı değerleri saptanmıştır. Çalışmamızda, en yüksek bağlanma dayanımı ortalamasına sahip PPr grubunda görülen artışın sebebi de yine, yukarıdaki çalışmalarda bahsedilen etkiler ve plazma uygulaması sonrası kullandığımız MDP içerikli primer ile seramik yüzey hidroksil grupları arasındaki etkileşimin artması ile açıklanabilir. Bununla beraber, plazma primerden önce uygulandığında, artan O

atomlarının ZrO_2 vb metal oksitlerin oluşumuna katkıda bulunarak, uygulanan primerin yapısındaki MDP monomerinin yüzeye daha iyi bağlanmasına olanak sağladığı da düşünülebilir; çünkü MDP içeren primerin yapısındaki asidik fosfat gruplarının metal oksitlere afinitesi yüksektir ve bu nedenle yüzeye bağlanmasında, yüzeydeki metal oksitlerin fazlalığı tercih edilir.²⁶⁹ PrP grubunda görülen zayıf bağlanmanın ise, plazma oluşumu sonrası açığa çıkan reaktif oksijen ve nitrojen türleri ile serbest radikallerin, öncesinde uygulanan primerle etkileşime girerek, primerin kimyasal yapısını modifiye etmesi ve bağlanma etkinliğini azaltmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Diğer açıdan çalışmamızdaki XPS analizi sonuçları da değerlendirildiğinde primer sonrası plazma uygulanan gruplarda, plazmasız primer yüzeylerine göre C atom yüzdelerinde azalma olması, primerin rezin siman ile oluşturması beklenen C-C, C-H veya C-O bağlarının azalmasına yol açarak bağlanma dayanımının düşmesine neden olmuş olabilir.

Çalışmamızda yer alan, kumlanmış yüzeylere farklı kombinasyonlarda plazma uygulanan gruplar arasında KP, KPPr ve KPrP'de, bağlanma dayanımı değerlerinde, kontrol grubuna göre anlamlı artış görülmüştür. Bunlar arasında ise, KP ile KPrP benzer sonuç gösterirken, KPPr grubuna ait bağlanma dayanımı değeri diğer iki gruptan anlamlı olarak daha yüksekti. KP ile KPrP gruplarındaki benzerlik, kumlama işlemi ile plazma uygulaması arasında primer uygulamasının, bağlanma dayanımı açısından KP grubuna ek bir avantaj sağlamadığını göstermektedir. KPPr grubunda ise, kumlama ile mekanik ve plazma uygulaması ile kimyasal bir modifikasyon sağlanan zirkonya yüzeyinin hem primer, hem de rezin simanla bağlanmasının iyileştirilmesi, bu grubun KP 'den daha yüksek değerlere sahip olmasını açıklayabilir. Valverde ve ark.¹⁷³ argon gazı kullanarak yapılan soğuk plazma uygulamasının zirkonya-rezin siman bağlantısına etkilerini inceledikleri çalışmalarında, kumlama sonrası soğuk plazma uygulamasının zirkonya seramik yüzeyini daha fazla aktive ederek, rezin siman içeriğindeki fosfat grupları ile kurulan kimyasal bağlarda sekonder Van der Waals kuvvetlerinin etkisi ile nitel ve nicel iyileşme sağlanmış olabileceğini ileri sürmüşlerdir.

KPrP grubunda KPPr'ye göre saptanan daha düşük bağlanma değerleri ise, tıpkı PrP grubunda olduğu gibi KPrP grubunda da, plazma oluşumuna bağlı oluşan reaktif oksijen ve nitrojen türleri ile serbest radikallerin primerin kimyasal yapısını

etkilemesi ve bağlanma özelliklerini zayıflatması ile açıklanabilir. KPrP'nin PrP grubundan daha yüksek bağlanma değerleri göstermesinin ise, kumlama ile elde edilen ilave mikromekanik etkiden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Kumlama sonrası primer uyguladığımız KPr grubu ile KPPr grubunu karşılaştırdığımızda, klinikte yaygın olarak kullanılan KPr grubunda istatistiksel olarak anlamlı düzeyde daha yüksek bağlanma dayanımı değerleri saptandı. Bu durumun, kumlanmış yüzeye plazma uygulandığında plazmanın, kumlama ile oluşan yüzey düzensizliklerinde sadece tepe noktalarını aktive ederek, primerin yapısındaki bağ yapımına katılacak komponentlerinin, plazmanın aktive ettiği belli noktalarla etkileşerek bir doygunluk seviyesine ulaşmasına ve materyalin yüzeyinde homojen bir bağlanma gerçekleştirememesine bağlı olduğu speküle edilebilir. K ve KP gruplarının bağlanma dayanımları arasında fark olmaması da benzer bir düşünce ile plazmanın pürüzlü yüzeylerdeki kimyasal etkisini doğrudan tüm yüzeyde homojen olarak değil, pürüzlüğün tepe noktalarında göstererek, siman bağlantısının da yüzeyde homojen olamayabileceği fikri ile örtüşmektedir. KPPr grubunun, termal siklus sonrası bağlanma dayanımını değerlerinde oransal olarak en fazla azalmayı gösteren grup olması da bu görüşle ilişkilendirilebilir; ancak literatürde bu deney gruplarını karşılaştıran başka bir çalışmaya rastlanmadığından, bu konu ile ilgili ileri çalışmalar yapılması gerektiğini düşünmekteyiz.

Çalışmamızda termal siklus uygulaması ile yaşlandırma yapıldıktan sonra makaslama bağlanma dayanımı testine tabii tutulan tüm grupların bağlanma dayanımlarında, termal siklus yapılmayan gruplara göre istatistiksel olarak ileri derecede anlamlı bir azalma görüldü. Termal siklus uygulanmayan gruplara paralel olarak, termal siklus uygulanan gruplarda da en yüksek bağlanma dayanımı ortalaması PPr, en düşük ortalama ise Z grubuna ait olarak belirlendi.

Çalışmamızda sadece primer (Pr) ve sadece kumlama (K) uygulanan gruplarda, termal siklus öncesi ve sonrası elde edilen bağlanma dayanımı değerleri kontrol grubundan anlamlı düzeyde yüksek olsa da, klinikte yaygın kullanılan KPr grubuna ait değerlerden anlamlı düzeyde düşüktü. Yapılan bir çalışmada, kumlama ve üç ayrı primer uygulamasının kısa ve uzun dönem bağlanma dayanımları karşılaştırılmış, kumlama uygulanmayan tüm yüzeylerde, 150 gün suda bekletme sonucu bütün gruplarda kompozit ile seramik örnekler ayrılmıştır. Öncesinde kumlama yapıldığında

ise, MDP içeren primer uygulanan gruplarda yaşlandırma öncesi ve sonrası yüksek bağlanma dayanımları elde edilmiştir. Sadece kumlama uygulanan gruplarda başlangıç bağlanma dayanımı değerleri kontrole göre yüksek olsa da, primer uygulanmadığı için bu bağlantı uzun dönemde başarısız olmuştur.²⁶⁵ Bizim çalışmamızın bulgularında da KPr grubuna ait değerlerin K ve Pr'den yüksek olması, literatürdeki bu ve benzeri birçok çalışmanın sonuçları ile paraleldir.^{113, 114, 203, 270}

Çalışmamızda, termal siklusun plazma uygulanan gruplar üzerindeki etkisi değerlendirildiğinde, K ve KP gruplarının başlangıç bağlanma dayanımı değerleri benzer iken, termal siklusa bağlı olarak K'da daha fazla bir azalma görülmüştür. Yani plazma uygulamasının, KP grubunda uzun dönem rezin siman bağlanma başarısını artırdığı görülmüştür. Plazmadan sonra primer uygulanan KPr grubunda, termal siklus sonrası bağlanma dayanımında yaklaşık %50 bir azalma görülmüştür. Bu değer, klinikte yaygın olarak uyguladığımız KPr grubundan (%35 düşüş) oldukça yüksek olması nedeniyle kumlanmış yüzeyde plazma uygulamasının primer bağlantısına olumsuz etkisi yönündeki görüşümüzle uyusmaktadır. Aynı şekilde, KPrP grubunda da termal siklus etkisi ile yaklaşık %45 bir azalma olmuştur. Bu bulgu da, primer yüzeyine plazma uygulamasının, primer yapısındaki karbon yüzdesini azaltmasına bağlı olarak, rezin simanla oluşturduğu kimyasal bağların olumsuz etkilendiği yönündeki görüşümüzü desteklemektedir. Benzer olarak, Vechiato-Filho ve ark.²²¹ da, Rely X U200 ve Panavia F 2.0 rezin siman ve MDP içerikli primer kullandıkları çalışmalarında, termal siklus uygulaması sonrası, Panavia F2.0 kullanılan gruplarda primerin en üst tabaka olarak uygulandığı durumda bağlanma dayanımı değerlerinde daha fazla bir azalma olduğunu belirtmişlerdir. Bu bilgiler klinik açıdan değerlendirildiğinde, kumlanmış yüzeylerde plazma uygulamasının primerle kombine olarak kullanıldığı durumlarda, uzun dönem bağlanma dayanımı açısından avantajlı bir durum oluşturmadığı sonucuna ulaşılmıştır.

Termal siklus uygulamasının kumlanmamış yüzeylerdeki plazma uygulaması üzerine etkisi incelendiğinde ise, tüm gruplar arasında en iyi bağlanma dayanımı gösteren PPr grubunun, yaklaşık %30'luk bir azalma gösterdiği görüldü. Bu oran, yine klinikte yaygın olarak kullandığımız KPr grubundan ve sadece primer uygulanan Pr grubundan daha düşük olduğundan, düz yüzeye uygulanan plazma-primer kombinasyonunun, kumlanmış yüzeydeki aynı kombinasyona (KPr) ve yalnızca

primer uygulanan gruba (Pr) göre, termal siklus etkilerine karşı daha dayanıklı olduğunu göstermektedir. Bu durum klinik açıdan değerlendirildiğinde, primerin zirkonya yüzeyine bağlanmasında, plazma ile sağlanan kimyasal etkileşimlerin, kumlama sonucu elde edilen mikromekanik etkiye nazaran daha avantajlı olduğu görülmektedir; ki bu da kumlama işleminin uygulanma gereksinimini ortadan kaldıracak olması adına avantajlı bir sonuç olarak karşımıza çıkmaktadır.

Makaslama bağlanma dayanımı testini takiben kopma tipleri stereomikroskop ile değerlendirildiğinde, bağlanma dayanımı değerlerinin düşük olduğu Z, ZP, PrP, KP ve KPrP gruplarında çoğunlukla adeziv tip kopma gözlenirken, daha yüksek bağlanma dayanımı gösteren PPr, KPr, KPPr, K ve Pr gruplarında çoğunlukla miks kopma tipi görülmüştür. Literatürdeki çalışmalarda da, düşük bağlantı değerlerine sahip yüzeylerde daha çok rezin siman ile zirkonya seramik arasında oluşan adeziv kopma, yüksek bağlantı değerleri gösteren yüzeylerde ise miks ve koheziv tip kopma tiplerinin çoğunlukta olduğu bildirilmiştir.^{98, 119}

Tüm gruplarda termal siklus etkisi ile adeziv kopma tipi yüzdelerinde artış görülürken, miks kopma tipi azalmıştır. Literatürde de, termal siklus ile yaşlandırma uygulaması sonrası, makaslama bağlanma dayanımı değerlerinde düşme ile beraber, adeziv başarısızlık tiplerinin arttığını bildiren yayınlar,^{203, 204, 221} çalışmamızın bu bulgusunu desteklemektedir.

Çalışmamızda, KPPr grubunda, termal siklus uygulamasına bağlı olarak görülen adeziv tip kopma artışı en yüksek olup (%40) bu durum, bağlanma dayanımı değerleri içinde de termal siklus uygulaması sonrası, oransal olarak en fazla düşüşün bu grupta görünmesi bulgusu ile örtüşmektedir.

Çalışmamızda, termal siklus öncesi en düşük adeziv ve en yüksek miks kopma tipi, bağlanma dayanımı değerleri ile de uyumlu olarak PPr grubunda görülmüştür. Her iki durumda da çok zayıf bir bağlanma elde ettiğimiz kontrol grubunda ise tamamen adeziv tipte başarısızlık gözlenmiştir. Termal siklus sonrası ise, PPr grubuna ait miks kopma yüzdesi %60 iken, KPr grubu için bu değer %50 olarak saptanmıştır.

Çalışmamızın bulguları klinik açıdan değerlendirildiğinde, tek başına plazma uygulamasının, tek başına primer uygulamasına bir alternatif olamadığı ve primer olmaksızın tek başına plazma uygulamasının da, klinikte zirkonya seramiklerin simantasyonu öncesi yaygın olarak kullanılan KPr yüzey işlemi grubuna göre

bağlanma dayanımı açısından oldukça yetersiz kaldığı görüldüğünden, plazma uygulamalarının primer ile kombine kullanılması gerekliliğini önermekteyiz. Bu durumda da, plazmanın uygulama sırasının önemli bir faktör olduğu, plazmayı primerden önce uyguladığımızda en iyi bağlantı sağlanırken, sonra uyguladığımızda dezavantajlı olduğu gözlenmiştir. Son olarak, PPr grubunda KPPr grubuna göre anlamlı düzeyde yüksek bağlanma dayanımı görülmesi, plazma ve primerin birlikte kullanımından önce ilave bir kumlama işlemine gerek duyulmadığını; böylece kumlamanın zirkonya seramiklerin yapısal özellikleri üzerindeki olumsuz etkilerinin bertaraf edilebileceğini gösterdiğinden, bu durum klinik kullanım açısından umut vericidir. Bahsettiğimiz iki grup arasındaki farkın ise, plazma ile kimyasal olarak aktive edilen alanın düz yüzeyde daha fazla iken, kumlanmış yüzeyde yalnızca pürüzlülüğün tepe noktalarıyla sınırlı kalmış olabilmesinden kaynaklandığını; ancak bu görüşün desteklenebilmesi için, daha fazla çalışmaya ihtiyaç olduğunu düşünmekteyiz.

Çalışmamızın limitasyonları tek bir rezin siman ve tek bir primer ajanının kullanılması, soğuk plazma uygulamasının kumlama ve primer uygulaması dışında, zirkonya seramikler için literatürde önerilen diğer yüzey hazırlık yöntemleri ile karşılaştırılmamış olması, plazma oluşumunda kullanılan farklı sistemler, parametreler ve uygulama sürelerine yer verilmemesi, farklı restorasyon dizaynlarının simüle edildiği deney şartlarının kullanılmamış olması, yaşlandırma yöntemi olarak yalnızca termal siklus uygulanması ve çalışmanın in-vitro şartlarda gerçekleştirilmesi olarak sıralanabilir.

6. SONUÇLAR

Soğuk plazma uygulamasının, zirkonya seramiklerin yüzey özellikleri ve rezin simanla bağlanma dayanımı üzerine etkilerini araştırdığımız bu çalışmanın sınırları dahilinde elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibidir:

1- Soğuk plazma uygulamasının yüzey işlemi olarak uygulanma sırasının, yüzey özellikleri ve rezin siman bağlanma dayanımını etkileyen önemli bir faktör olduğu görüldü.

2-Soğuk plazma uygulaması son aşama olarak uygulandığında, düz yüzeyli, işlemsiz zirkonya seramiğin yüzey pürüzlülüğünü artırdı, ancak diğer gruplarda anlamlı değişim yaratmadı.

3- Soğuk plazma uygulaması, zirkonya yüzeyinde kumlama işlemine kıyasla çok daha düşük bir pürüzlülük artışı sağladı.

4- Soğuk plazma uygulamasının son aşama olarak uygulandığı tüm gruplarda, yüzey temas açısı ileri derecede anlamlı düşüş gösterdi.

5- Soğuk plazma uygulamasının, primer uygulamasına kıyasla yüzey temas açısını düşürmede daha fazla etkili olduğu görüldü.

6- Soğuk plazma uygulaması her ne kadar temas açısında azalma sağlasa da, rezin siman bağlanma dayanımı açısından son aşamada primer uygulanması daha başarılı sonuçlar doğurdu.

7- Soğuk plazma uygulamasının işlemsiz düz zirkonya yüzeyinde, kumlanmış yüzeye göre daha etkili olduğu ve rezin siman bağlanma dayanımı açısından en iyi kombinasyonun PPr grubuna ait olduğu görüldü.

8- Soğuk plazma uygulamasının primerden sonra uygulandığı gruplarda bağlanma dayanımının düştüğü görüldü.

9- Termal siklus uygulaması tüm gruplarda bağlanma dayanımı değerlerini anlamlı düzeyde düşürdü.

10- Termal siklus sonrası en yüksek bağlanma dayanımının yine PPr grubunda olduğu görüldü.

11. Hiçbir yüzey işlemi uygulanmayan zirkonya grubu tüm gruplar içinde en düşük bağlanma dayanımı değerlerini sergiledi.

12. Baęlanma yzeyinin deęerlendirilmesinde, Z grubunun tamamı adeziv tip kopma sergilerken, grupların hi birinde koheziv tip kopmaya rastlanmadı. En yksek miks kopma oranı PPr grubunda grld.

13. Termal siklus uygulamasını takiben, tm gruplarda adeziv kopma tipi artarken, miks kopma tipinde azalma saptandı.

Son olarak belirtmek gerekir ki, laboratuvar Őartlarında, in-vitro olarak gerekleŐtirdięimiz alıŐmamızın sonularından yola ıkararak, tek baŐına ve farklı yntemlerin kombinasyonu Őeklinde uygulanan soęuk plazmanın, dental zirkonya seramiklerin yzey zellikleri zerinde fiziksel ve kimyasal etkileri olduęu ve zirkonya-rezin siman baęlantısını artırmaya ynelik alternatif bir yntem olabileceęi sylenebilir. zellikle PPr kombinasyonunun, hem baŐlangı hem de termal siklus sonrasında, klinikte yaygın kullanılan KPr kombinasyonundan daha stn performans sergilemesi, zirkonya seramiklerde mikroatlakların oluŐumunu baŐlatarak, mekanik zellikleri zayıflatan kumlama iŐlemine gerek olmadan yeterli bir baęlanma saęlanması aısından umut verici grnmektedir. Ancak klinik aıdan gvenilir bilgiler elde edilebilmesi iin bu konunun yapılacak in vivo alıŐmalarla desteklenmesi gerektięi kanaatindeyiz.

7. ÖZET

Atmosferik Soğuk Plazma Uygulamasının Dental Zirkonyanın Yüzey Özelliklerine Ve Rezin Simanla Bağlantısına Etkilerinin Araştırılması

ÖZET:

Bu tez çalışmasının amacı atmosferik soğuk plazmanın, tek başına ve klinik uygulamalarda yaygın kullanılan kumlama ve primer uygulaması yöntemleriyle farklı kombinasyonlar şeklinde uygulamasının, dental zirkonyanın yüzey özelliklerine ve rezin siman ile bağlanma dayanımı üzerine etkilerini değerlendirmektir.

Çalışmada zirkonya seramik CAD/CAM bloklardan elde edilen 310 adet örnek sinterlenme sonrası, uygulanacak yüzey işlemine göre 10 gruba ayrıldı: Z (Yüzey işlemi yok), K (Kumlama), Pr (Primer), KPr (Kumlama+primer), ZP (soğuk plazma), KP (kumlama+soğuk plazma), PrP (primer+soğuk plazma), KPrP (kumlama+primer+soğuk plazma), PPr (soğuk plazma+primer) ve KPPr (kumlama+soğuk plazma+primer).

Deney gruplarında profilometre ile yüzey pürüzlülüğü, goniometre ile temas açısı (n=10) ve XPS ile elementel analiz (n=1) ölçümleri yapıldı. Rezin siman bağlanma dayanımı self-etch adeziv bir rezin siman kullanılarak, universal test cihazı ile makaslama bağlanma dayanımı testi uygulanarak gerçekleştirildi (n=20). Bağlanma dayanımları değerlendirilecek örneklerin yarısına termal siklus (5000 devir, 5-55 °C) işlemi uygulandı. Kopma tipleri stereomikroskopta incelendi. İstatistiksel değerlendirme için tek yönlü ve iki yönlü ANOVA, çoklu karşılaştırma testi olarak da Student-Newman-Keuls testleri uygulandı ($\alpha=0,05$).

Çalışmanın sonuçlarına göre, soğuk plazmanın işlemsiz zirkonya yüzeyinde pürüzlülük artışı sağladığı, son aşama olarak uygulandığında yüzey temas açısında belirgin bir azalma yarattığı görüldü ($p<0,05$). Rezin siman ile bağlanma dayanımı açısından, plazma işleminin uygulama sırasının önem taşıdığı ve işlemsiz zirkonya yüzeyinde primer tabakasından önce uygulandığında (PPr grubu), hem başlangıç hem

de termal siklus sonrasında, diđer kombinasyonlara gore daha yukse bağlanma dayanımı elde edilebildiđi goruldu ($p<0,001$).

Sođuk plazma uygulaması zirkonya seramiklerin rezin simantasyonu iin yeni alternatif bir yuzey iřlemi olabilir; ancak kesin yargılar iin konunun in vivo ortamda yapılacak klinik alıřmalarla desteklenmesi gerekmektedir.

Anahtar sozcukler: Sođuk plazma, zirkonya seramik, rezin siman, makaslama bağlanma dayanımı.



Evaluation of The Effects of Non-Thermal Atmospheric Plasma Treatment On Surface Properties and Shear Bond Strength of Zirconia Ceramics

SUMMARY

The purpose of this in-vitro study was to evaluate the effects of non-thermal atmospheric plasma (NTAP) treatment, alone or combined with sandblasting and/or primer applications on the surface roughness, wettability and bonding to resin cement of zirconia ceramics.

In this study, 310 sintered zirconia specimens were divided into 10 groups according to the surface treatments received: Z (control), K (sandblasting), Pr (primer), KPr (sandblasting+primer), ZP (NTAP), KP (sandblasting+NTAP), PrP (primer+NTAP), KPrP (sandblasting+primer+NTAP), PPr (NTAP+primer) and KPPr (sandblasting+NTAP+primer).

The surface roughness values was evaluated using a profilometer and the contact angle measurements were performed with a goniometer (n=10). Surface chemistry of specimens was characterized by XPS analysis (n=1). Shear bond strength (SBS) tests were performed using universal testing machine at a cross-head speed of 0,5 mm/min following cementation with a self-etch adhesive resin cement. Half of the specimens were subjected to thermocycling (5000 cycles, 5-55°C) before SBS test. The failure mode was recorded by examining each specimen using a stereomicroscope. One-way and two-way ANOVA followed by Student-Newman-Keuls test ($\alpha=0.05$) were used to analyze the data statistically.

According to the results, untreated zirconia surfaces were found to have higher surface roughness values after NTAP treatment. NTAP was also found effective for lower contact angle values for the groups in which it was applied as the final stage. For the SBS values, it had the greatest effect in PPr group.

NTAP application may be a novel alternative surface treatment for adhesive cementation of zirconia ceramics; but it needs to be supported by clinical studies.

Key words: Non-thermal plasma, zirconia ceramic, resin cement, shear bond strength.

8. KAYNAKLAR

1. Adımcı P. Soğuk plazma uygulamalarının CAD/CAM materyallerinin yüzey özelliklerine etkisinin değerlendirilmesi. Protetik Diş Tedavisi, [Uzmanlık tezi]. İzmir: İzmir Kâtip Çelebi Üniversitesi; 2016.
2. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater* 2008;24:299-307.
3. Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet Dent* 2009;4:130-151.
4. Asar NV, Çakırbay M. Zirkonya-rezin siman bağlantısını güçlendirmede kullanılan yüzey işlemleri. *Acta Odontol Turc* 2013;30:162-168.
5. Uludamar A, Akalin B, Ozkan YK. Zirkonyum esaslı tam seramik restorasyonlarda simantasyon öncesi yüzey hazırlıkları. *Cumhuriyet Dental Journal* 2011;14:140-153.
6. Silva NR, Coelho PG, Valverde GB, et al. Surface characterization of Ti and Y-TZP following non-thermal plasma exposure. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2011;99:199-206.
7. Chu PK, Chen JY, Wang LP, Huang N. Plasma-surface modification of biomaterials. *Materials Science and Engineering: R: Reports* 2002;36:143-206.
8. Çökeliler D, Erkut S, Shard AG, et al. A novel approach for improvement of the interfacial binding of ceramics for dental materials: Chemical treatment and oxygen plasma etching. *Journal of applied polymer science* 2008;110:2656-2664.
9. Zaimoğlu A, Can G, Ersoy AE, Aksu L. Diş hekimliğinde maddeler bilgisi. Ankara: Ankara Üniversitesi Basımevi; 1993.
10. Akın E. Diş hekimliğinde porselen. 3rd ed. İstanbul: İstanbul Üniversitesi Basımevi; 1990.

11. The glossary of prosthodontic terms. *J Prosthet Dent* 2005;94:10-92.
12. Uludag B, Usumez A, Sahin V, Eser K, Ercoban E. The effect of ceramic thickness and number of firings on the color of ceramic systems: an in vitro study. *J Prosthet Dent* 2007;97:25-31.
13. Tatal Z, Sener Yamaner ID, Tuncer EB. Dental seramiklerin tarihsel gelişimi. *Atatürk Üni. Diş Hek. Fak. Derg.* 2015;10:157-166.
14. van Dijken JW. All-ceramic restorations: classification and clinical evaluations. *Compend Contin Educ Dent* 1999;20:1115-1124.
15. Jones DW. Development of dental ceramics. An historical perspective. *Dent Clin North Am* 1985;29:621-644.
16. Maloney WJ, Maloney MP. Pierre Fauchard: the father of modern dentistry. *J Mass Dent Soc* 2009;58:28-29.
17. Kelly JR, Nishimura I, Campbell SD. Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives. *J Prosthet Dent* 1996;75:18-32.
18. Anusavice K. Phillips' Science of Dental Materials. 11st ed. St. Louis: Elsevier Mosby; 2003.
19. McLean JW. Evolution of dental ceramics in the twentieth century. *J Prosthet Dent* 2001;85:61-66.
20. O'Brien WJ. Dental materials and their selection. 3rd ed. Chicago Quintessence; 2002.
21. Shillingburg HT, Hobo S, Whitsett LD, Jacobi R, Brackett SE. Fundamentals of Fixed Prosthodontics. London, UK: Quintessence Publishing Co., Inc; 1997.
22. Wildgoose DG, Johnson A, Winstanley RB. Glass/ceramic/refractory techniques, their development and introduction into dentistry: A historical literature review. *J Prosthet Dent* 2004;91:136-143.
23. Hondrum SO. A review of the strength properties of dental ceramics. *J Prosthet Dent* 1992;67:859-865.
24. El-Mowafy O, Brochu JF. Longevity and clinical performance of IPS-Empress ceramic restorations--a literature review. *J Can Dent Assoc* 2002;68:233-237.

25. Guazzato M, Albakry M, Swain MV, Ironside J. Mechanical properties of In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia. *Int J Prosthodont* 2002;15:339-346.
26. Craig RG, Powers JM, Wataha JC. Dental materials: properties and manipulation. 8 th ed. St. Louis, Mo.: Mosby; 2004.
27. Guess PC, Schultheis S, Bonfante EA, Coelho PG, Ferencz JL, Silva NR. All-ceramic systems: laboratory and clinical performance. *Dent Clin North Am* 2011;55:333-352.
28. Helvey GA. Classifying dental ceramics: numerous materials and formulations available for indirect restorations. *Compend Contin Educ Dent* 2014;35:38-43.
29. Gracis S, Thompson VP, Ferencz JL, Silva NR, Bonfante EA. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. *Int J Prosthodont* 2015;28:227-235.
30. Kırmalı Ö, Özdemir AK. Zirkonya esaslı seramikler. *İnönü Üni. Sağlık Bilimleri Derg.* 2012;1:15-18.
31. Koçak DA, Türker ŞB. Diş hekimliğinde zirkonyum. *Atatürk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi* 2006;16:41-45.
32. Helmer D, Driskell T. Research on Bioceramics. Symp. On use of Ceramics as Surgical Implants. *Clemson University, South Carolina* 1969.
33. Christel P, Meunier A, DORLOT JM, et al. Biomechanical compatibility and design of ceramic implants for orthopedic surgery. *Annals of the New York Academy of Sciences* 1988;523:234-256.
34. Meyenberg KH, Luthy H, Schärer P. Zirconia posts: a new all-ceramic concept for nonvital abutment teeth. *J Esthet Dent* 1995;7:73-80.
35. Gautam C, Joyner J, Gautam A, Rao J, Vajtai R. Zirconia based dental ceramics: structure, mechanical properties, biocompatibility and applications. *Dalton Trans* 2016;45:19194-19215.
36. Bultan Ö, Öngül D, Türkoğlu P. Zirkonyanın Mikroyapılarına Ve Üretim Şekillerine Göre Sınıflandırılması. *Journal of Istanbul University Faculty of Dentistry* 2010;44:197-204.

37. Hannink RH, Kelly PM, Muddle BC. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics. *Journal of the American Ceramic Society* 2000;83:461-487.
38. Rauchs G, Fett T, Munz D, Oberacker R. Tetragonal-to-monoclinic phase transformation in CeO₂-stabilised zirconia under uniaxial loading. *Journal of the European Ceramic Society* 2001;21:2229-2241.
39. Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peille CN. Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res* 1989;23:45-61.
40. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials* 1999;20:1-25.
41. Dérand P, Dérand T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. *Int J Prosthodont* 2000;13:131-135.
42. Yöndem İ. Farklı yüzey bitirme işlemlerinin metal desteksiz seramik restorasyonlarda yüzey pürüzlülüğü ve kırılma dayanımları üzerindeki etkisinin karşılaştırmalı olarak incelenmesi. *Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı*, [Doktora tezi]. Konya: Konya Selçuk Üniversitesi; 2006.
43. McLaren EA, Giordano RA. Zirconia-based ceramics: material properties, esthetics, and layering techniques of a new veneering porcelain, VM9. *Quintessence Dent Technol* 2005;28:99-111.
44. Ban S, Sato H, Suehiro Y, Nakanishi H, Nawa M. Effect of sintering condition, sandblasting and heat treatment on biaxial flexure strength of zirconia. In: *Key Engineering Materials*. vol. 361: Trans Tech Publ, 2008:779-782.
45. Guo X. Property degradation of tetragonal zirconia induced by low-temperature defect reaction with water molecules. *Chemistry of materials* 2004;16:3988-3994.
46. Swab J. Low temperature degradation of Y-TZP materials. *Journal of materials science* 1991;26:6706-6714.

47. Ardlin BI. Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. *Dent Mater* 2002;18:590-595.
48. Deville S, Gremillard L, Chevalier J, Fantozzi G. A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials* 2005;72:239-245.
49. Deville S, Chevalier J, Gremillard L. Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia. *Biomaterials* 2006;27:2186-2192.
50. Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dental materials* 2008;24:289-298.
51. Tan PLB, Dunne JT. An esthetic comparison of a metal ceramic crown and cast metal abutment with an all-ceramic crown and zirconia abutment: a clinical report. *The Journal of prosthetic dentistry* 2004;91:215-218.
52. Raigrodski AJ. Contemporary all-ceramic fixed partial dentures: a review. *Dental Clinics of North America* 2004;48:531-544.
53. Yavuzylmaz H, Turhan B, Bavbek B, Kurt E. Tam porselen sistemleri II. *Acta Odontologica Turcica* 2005;22:49-60.
54. Raigrodski AJ. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature. *The Journal of prosthetic dentistry* 2004;92:557-562.
55. Rimondini L, Cerroni L, Carrassi A, Torriceni P. Bacterial colonization of zirconia ceramic surfaces: an in vitro and in vivo study. *International Journal of Oral & Maxillofacial Implants* 2002;17:793-798.
56. Filser F, Kocher P, Gauckler L. Net-shaping of ceramic components by direct ceramic machining. *Assembly automation* 2003;23:382-390.
57. Piconi C, Maccauro G, Pilloni L, Burger W, Muratori F, Richter HG. On the fracture of a zirconia ball head. *J Mater Sci Mater Med* 2006;17:289-300.

58. Blue DS, Griggs JA, Woody RD, Miller BH. Effects of bur abrasive particle size and abutment composition on preparation of ceramic implant abutments. *J Prosthet Dent* 2003;90:247-254.
59. Guazzato M, Albakry M, Quach L, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced dental ceramic. *Dental Materials* 2005;21:454-463.
60. Yin L, Huang H. Ceramic response to high speed grinding. *Machining Science and Technology* 2004;8:21-37.
61. Kiremitçi A, Gökalp S. Dentinin ıslanma kritik yüzey gerilimi üzerine dört adeziv sisteminin etkisi. *H Ü Dis Hek Fak Derg* 1998;22:47-52.
62. Dayangaç B. Kompozit rezin restorasyonlar. Ankara: Günes Kitabevi; 2000.
63. Packham DE. Surface energy, surface topography and adhesion. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 2003;23:437-448.
64. Kim TH, Jivraj SA, Donovan TE. Selection of luting agents: part 2. *J Calif Dent Assoc* 2006;34:161-166.
65. Krämer N, Lohbauer U, Frankenberger R. Adhesive luting of indirect restorations. *American Journal of Dentistry* 2000;13:60D-76D.
66. Kern M, Thompson VP. Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: adhesive methods and their durability. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 1995;73:240-249.
67. Soares CJ, Soares PV, Pereira JC, Fonseca RB. Surface Treatment Protocols in the Cementation Process of Ceramic and Laboratory-Processed Composite Restorations: A Literature Review. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* 2005;17:224-235.
68. Schulte AG, Vöckler A, Reinhardt R. Longevity of ceramic inlays and onlays luted with a solely light-curing composite resin. *Journal of dentistry* 2005;33:433-442.
69. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *The Journal of prosthetic dentistry* 2003;89:268-274.

70. Zaimođlu A, Can G. Sabit protezler. Ankara: Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Yayınları; 2004.
71. Gladwin MA, Bagby MD. Clinical aspects of dental materials. 2nd ed. Philadelphia, Pa.; London: Lippincott Williams & Wilkins; 2004.
72. Crispin BJ, Hewlett ER, Jo YH, Hobo S, Hornbrook D. Contemporary esthetic dentistry : practice fundamentals. Tokio: Quintessence; 1994.
73. Gürdal P, Akdeniz BG, Sen BH. The effects of mouthrinses on microhardness and colour stability of aesthetic restorative materials. *Journal of oral rehabilitation* 2002;29:895-901.
74. Rueggeberg F, A., Caughman WF. The influence of light exposure on polymerization of dual-cure resin cements. *Operative Dentistry* 1993;18:48-55.
75. Pegoraro TA, da Silva NRFA, Carvalho RM. Cements for use in esthetic dentistry. *Dental Clinics of North America* 2007;51:453-471.
76. Nathanson D, Banasr F. Color stability of resin cements--an in vitro study. *Practical procedures & aesthetic dentistry: PPAD* 2002;14:449-455.
77. Tanoue N, Koishi Y, Atsuta M, Matsumura H. Properties of dual-curable luting composites polymerized with single and dual curing modes. *Journal of oral rehabilitation* 2003;30:1015-1021.
78. Lafuente JD, Chaves A, Carmiol R. Bond Strength of Dual-Cured Resin Cements to Human Teeth. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* 2000;12:105-110.
79. Usumez A, Ozturk AN, Usumez S, Ozturk B. The efficiency of different light sources to polymerize resin cement beneath porcelain laminate veneers. *Journal of oral rehabilitation* 2004;31:160-165.
80. Saygili G, Şahmali S. Effect of ceramic surface treatment on the shear bond strengths of two resin luting agents to all-ceramic materials. *Journal of oral rehabilitation* 2003;30:758-764.

81. Kato H, Matsumura H, Atsuta M. Effect of etching and sandblasting on bond strength to sintered porcelain of unfilled resin. *Journal of oral rehabilitation* 2000;27:103-110.
82. Williamson RT, Kovarik RE, Mitchell RJ. Effects of grinding, polishing, and overglazing on the flexure strength of a high-leucite feldspathic porcelain. *International Journal of Prosthodontics* 1996;9:30-37.
83. Della Bona A, Anusavice KJ. Microstructure, composition, and etching topography of dental ceramics. *International Journal of Prosthodontics* 2002;15:159-167.
84. Özcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dental Materials* 2003;19:725-731.
85. Della Bona A, Van Noort R. Ceramic surface preparations for resin bonding. *American journal of dentistry* 1998;11:276-280.
86. Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater* 2006;22:283-290.
87. Fischer J, Stawarczyk B. Compatibility of machined Ce-TZP/Al₂O₃ nanocomposite and a veneering ceramic. *Dent Mater* 2007;23:1500-1505.
88. Yıldırım G, Uzun İH. Diş hekimliğinde silan uygulamaları. *Atatürk Üniv. Diş Hek. Fak. Derg.* 2016;15:123-130.
89. Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica-coating of dental alloys: volume loss, morphology and changes in the surface composition. *Dent Mater* 1993;9:151-161.
90. Cattani Lorente M, Scherrer SS, Richard J, Demellayer R, Amez-Droz M, Wiskott HW. Surface roughness and EDS characterization of a Y-TZP dental ceramic treated with the CoJet Sand. *Dent Mater* 2010;26:1035-1042.
91. Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Effect of sandblasting, grinding, polishing and glazing on the flexural strength of two pressable all-ceramic dental materials. *J Dent* 2004;32:91-99.

92. Zhang Y, Lawn BR, Malament KA, Van Thompson P, Rekow ED. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics. *Int J Prosthodont* 2006;19:442-448.
93. Blatz MB, Sadan A, Blatz U. The effect of silica coating on the resin bond to the intaglio surface of Procera AllCeram restorations. *Quintessence Int* 2003;34:542-547.
94. Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dental Materials* 2011;27:71-82.
95. Huang H. Machining characteristics and surface integrity of yttria stabilized tetragonal zirconia in high speed deep grinding. *Mater Sci Eng: A*. 2003;345:155-163.
96. Zhang B, Zheng XL, Tokura H, Yoshikawa M. Grinding induced damage in ceramics. *J Mater Process Tech* 2003;132:353-364.
97. Corona SA, de Souza AE, Chinelatti MA, Borsatto MC, Pecora JD, Palma-Dibb RG. Effect of energy and pulse repetition rate of Er: YAG laser on dentin ablation ability and morphological analysis of the laser-irradiated substrate. *Photomed Laser Surg* 2007;25:26-33.
98. Gokce B, Ozpinar B, Dundar M, Comlekoglu E, Sen BH, Gungor MA. Bond strengths of all-ceramics: acid vs laser etching. *Oper Dent* 2007;32:173-178.
99. Ersu B, Yuzugullu B, Ruya Yazici A, Canay S. Surface roughness and bond strengths of glass-infiltrated alumina-ceramics prepared using various surface treatments. *J Dent* 2009;37:848-856.
100. Piascik JR, Wolter SD, Stoner BR. Enhanced bonding between YSZ surfaces using a gas-phase fluorination pretreatment. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2011;98:114-119.
101. Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater* 2005;21:1158-1162.

102. Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces - an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *J Oral Rehabil* 2007;34:622-630.
103. Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Toksavul S, Vallittu PK. Shear bond strength of composite resin cements to lithium disilicate ceramics. *J Oral Rehabil* 2005;32:128-133.
104. Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2006;77:28-33.
105. Matinlinna JP, Lassila LV. Enhanced resin-composite bonding to zirconia framework after pretreatment with selected silane monomers. *Dent Mater* 2011;27:273-280.
106. Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, et al. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dental materials* 2010;26:426-432.
107. Tanaka R, Fujishima A, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki T. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res* 2008;87:666-670.
108. Chen L, Suh BI. Bonding of resin materials to all-ceramics: a review. *Curr Res Dent* 2012;3:7-17.
109. Blatz MB, Sadan A, Martin J, Lang B. In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. *J Prosthet Dent* 2004;91:356-362.
110. Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. *J Adhes Dent* 2000;2:139-147.
111. Petre A, Sfeatcu R. Adhesive cementation protocol of Zirconia restorations. *Int Poster J Dent Oral Med* 2013;15:poster 637.
112. Erişim: <http://kuraraydental.com/key-technologies-innovations/mdp-monomer>.

113. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 1998;14:64-71.
114. Ozcan M, Nijhuis H, Valandro LF. Effect of various surface conditioning methods on the adhesion of dual-cure resin cement with MDP functional monomer to zirconia after thermal aging. *Dent Mater J* 2008;27:99-104.
115. Tsuo Y, Yoshida K, Atsuta M. Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. *Dent Mater J* 2006;25:669-674.
116. Janda R, Roulet JF, Wulf M, Tiller HJ. A new adhesive technology for all-ceramics. *Dental Materials* 2003;19:567-573.
117. Valandro LF, Della Bona A, Antonio Bottino M, Neisser MP. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. *J Prosthet Dent* 2005;93:253-259.
118. Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz Oral Res* 2007;21:10-15.
119. Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *J Prosthet Dent* 2006;95:430-436.
120. Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: volume loss, morphology, and changes in the surface composition. *J Prosthet Dent* 1994;71:453-461.
121. Bottino MA, Valandro LF, Scotti R, Buso L. Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic. *Int J Prosthodont* 2005;18:60-65.
122. Monaco C, Cardelli P, Scotti R, Valandro LF. Pilot evaluation of four experimental conditioning treatments to improve the bond strength between resin cement and Y-TZP ceramic. *J Prosthodont* 2011;20:97-100.

123. Matinlinna JP, Heikkinen T, Ozcan M, Lassila LV, Vallittu PK. Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes. *Dent Mater* 2006;22:824-831.
124. Nishigawa G, Maruo Y, Irie M, et al. Ultrasonic cleaning of silica-coated zirconia influences bond strength between zirconia and resin luting material. *Dent Mater J* 2008;27:842-848.
125. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. *J Prosthet Dent* 2007;98:379-388.
126. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics. *J Prosthodont* 2008;17:401-408.
127. Nishikawa K, Wakatani M. Plasma physics : basic theory with fusion applications. 3rd ed. Berlin: Springer; 2000.
128. Lieberman MA, Lichtenberg AJ. Principles of plasma discharges and materials processing. 2nd ed: John Wiley & Sons; 2005.
129. Tonks L, Langmuir I. Oscillations in ionized gases. *Physical Review* 1929;33:195-210.
130. Kim JH, Lee MA, Han GJ, Cho BH. Plasma in dentistry: a review of basic concepts and applications in dentistry. *Acta Odontol Scand* 2014;72:1-12.
131. Fridman G, Friedman G, Gutsol A, Shekhter AB, Vasilets VN, Fridman A. Applied plasma medicine. *Plasma Processes and Polymers* 2008;5:503-533.
132. Boulos MI, Fauchais P, Pfender E. Thermal plasmas. New York: Plenum Press; 1994.
133. Fridman A. Plasma chemistry. New York: Cambridge university press; 2008.
134. Grill A. Cold plasma in materials fabrication : from fundamentals to applications. New York: Jon Wiley & Sons, Inc; 1994.
135. Boxman RL, Sanders DM, Martin PJ. Handbook of vacuum arc science and technology : fundamentals and applications. Park Ridge, N.J., U.S.A.: Noyes Publications; 1995.

136. Lee HW, Kim GJ, Kim JM, Park JK, Lee JK, Kim GC. Tooth bleaching with nonthermal atmospheric pressure plasma. *J Endod* 2009;35:587-591.
137. Jiang C, Chen M-T, Schaudinn C, et al. Pulsed Atmospheric-Pressure Cold Plasma for Endodontic Disinfection. *IEEE Transactions on Plasma Science* 2009;37:1190-1195.
138. Han GJ, Kim JH, Chung SN, et al. Effects of non-thermal atmospheric pressure pulsed plasma on the adhesion and durability of resin composite to dentin. *Eur J Oral Sci* 2014;122:417-423.
139. Rauscher H, Perucca M, Buyle G. Plasma technology for hyperfunctional surfaces : food, biomedical and textile applications. Weinheim: Wiley-VCH; 2010.
140. Niemira BA. Cold plasma decontamination of foods. *Annu Rev Food Sci Technol* 2012;3:125-142.
141. Şen Y. Cold plasma decontamination of foods, annual review of food science and technology. Fen Bilimleri Enstitüsü, [Yüksek lisans tezi]. Ankara: Hacettepe Üniversitesi; 2010.
142. Fridman A, Chirokov A, Gutsol A. Non-thermal atmospheric pressure discharges. *Journal of Physics D: Applied Physics* 2005;38:1-24.
143. Kogelschatz U. Dielectric-barrier discharges: their history, discharge physics, and industrial applications. *Plasma chemistry and plasma processing* 2003;23:1-46.
144. Nehra V, Kumar A, Dwivedi HK. Atmospheric non-thermal plasma sources. *International Journal of Engineering* 2008;2:53-68.
145. Kogelschatz U, Eliasson B, Egli W. From ozone generators to flat television screens: history and future potential of dielectric-barrier discharges. *Pure and Applied Chemistry* 1999;71:1819-1828.
146. Wagner HE, Brandenburg R, Kozlov KV, Sonnenfeld A, Michel P, Behnke JF. The barrier discharge: basic properties and applications to surface treatment. *Vacuum* 2003;71:417-436.

147. Boudam MK, Moisan M, Saoudi B, Popovici C, Gherardi N, Massines F. Bacterial spore inactivation by atmospheric-pressure plasmas in the presence or absence of UV photons as obtained with the same gas mixture. *Journal of Physics D: Applied Physics* 2006;39:3494-3507.
148. Vargo JJ. Clinical applications of the argon plasma coagulator. *Gastrointest Endosc* 2004;59:81-88.
149. Stoffels E, Flikweert AJ, Stoffels WW, Kroesen GMW. Plasma needle: a non-destructive atmospheric plasma source for fine surface treatment of (bio) materials. *Plasma Sources Science and Technology* 2002;11:383-388.
150. Wu AS, Kalghatgi S, Dobrynin D, et al. Porcine intact and wounded skin responses to atmospheric nonthermal plasma. *journal of surgical research* 2013;179:e1-e12.
151. Bogle MA, Arndt KA, Dover JS. Evaluation of plasma skin regeneration technology in low-energy full-facial rejuvenation. *Archives of dermatology* 2007;143:168-174.
152. Chen G, Zhou M, Chen S, Lv G, Yao J. Nanolayer biofilm coated on magnetic nanoparticles by using a dielectric barrier discharge glow plasma fluidized bed for immobilizing an antimicrobial peptide. *Nanotechnology* 2009;20:465706.
153. Fridman G, Peddinghaus M, Balasubramanian M, et al. Blood coagulation and living tissue sterilization by floating-electrode dielectric barrier discharge in air. *Plasma Chemistry and Plasma Processing* 2006;26:425-442.
154. Mwale F, Wang HT, Nelea V, Luo L, Antoniou J, Wertheimer MR. The effect of glow discharge plasma surface modification of polymers on the osteogenic differentiation of committed human mesenchymal stem cells. *Biomaterials* 2006;27:2258-2264.
155. Kieft IE, Kurdi M, Stoffels E. Reattachment and apoptosis after plasma-needle treatment of cultured cells. *IEEE transactions on Plasma Science* 2006;34:1331-1336.

156. Ritts AC, Li H, Yu Q, et al. Dentin surface treatment using a non-thermal argon plasma brush for interfacial bonding improvement in composite restoration. *Eur J Oral Sci* 2010;118:510-516.
157. Sladek RE, Stoffels E, Walraven R, Tielbeek PJ, Koolhoven RA. Plasma treatment of dental cavities: a feasibility study. *IEEE Transactions on plasma science* 2004;32:1540-1543.
158. Yang B, Chen J, Yu Q, et al. Oral bacterial deactivation using a low-temperature atmospheric argon plasma brush. *J Dent* 2011;39:48-56.
159. Tian Y, Sun P, Wu H, et al. Inactivation of *Staphylococcus aureus* and *Enterococcus faecalis* by a direct-current, cold atmospheric-pressure air plasma microjet. *J Biomed Res* 2010;24:264-269.
160. Jiang C, Chen MT, Gorur A, et al. Nanosecond pulsed plasma dental probe. *Plasma Processes and Polymers* 2009;6:479-483.
161. Scacchi M, Merz BR, Schär AR. The development of the ITI® Dental Implant System. *Clinical oral implants research* 2000;11:22-32.
162. Le Guehennec L, Soueidan A, Layrolle P, Amouriq Y. Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration. *Dent Mater* 2007;23:844-854.
163. Guastaldi FP, Yoo D, Marin C, et al. Plasma treatment maintains surface energy of the implant surface and enhances osseointegration. *Int J Biomater* 2013;2013:354125.
164. Nishigawa G, Maruo Y, Oka M, Oki K, Minagi S, Okamoto M. Plasma treatment increased shear bond strength between heat cured acrylic resin and self-curing acrylic resin. *J Oral Rehabil* 2003;30:1081-1084.
165. Nishigawa G, Maruo Y, Oka M, et al. Effect of plasma treatment on adhesion of self-curing repair resin to acrylic denture base. *Dent Mater J* 2004;23:545-549.
166. Bell AM, Lassila LV, Kangasniemi I, Vallittu PK. Bonding of fibre-reinforced composite post to root canal dentin. *J Dent* 2005;33:533-539.

167. Yavirach P, Chaijareenont P, Boonyawan D, et al. Effects of plasma treatment on the shear bond strength between fiber-reinforced composite posts and resin composite for core build-up. *Dent Mater J* 2009;28:686-692.
168. Costa Dantas MC, do Prado M, Costa VS, Gaiotte MG, Simao RA, Bastian FL. Comparison between the effect of plasma and chemical treatments on fiber post surface. *J Endod* 2012;38:215-218.
169. Cho B-H, Han G-J, Oh K-H, Chung S-N, Chun B-H. The effect of plasma polymer coating using atmospheric-pressure glow discharge on the shear bond strength of composite resin to ceramic. *Journal of Materials Science* 2011;46:2755-2763.
170. Han G-J, Chung S-N, Chun B-H, Kim C-K, Oh K-H, Cho B-H. Effect of the applied power of atmospheric pressure plasma on the adhesion of composite resin to dental ceramic. *Journal of Adhesive Dentistry* 2012;14:461-469.
171. Hayakawa T, Yoshinari M, Nemoto K. Characterization and protein-adsorption behavior of deposited organic thin film onto titanium by plasma polymerization with hexamethyldisiloxane. *Biomaterials* 2004;25:119-127.
172. Piascik JR, Wolter SD, Stoner BR. Development of a novel surface modification for improved bonding to zirconia. *Dent Mater* 2011;27:e99-105.
173. Valverde GB, Coelho PG, Janal MN, et al. Surface characterisation and bonding of Y-TZP following non-thermal plasma treatment. *J Dent* 2013;41:51-59.
174. Anıl N. Dental materyallerin ıslanabilirliđi. *Hacettepe Diş Hek Fak Derg* 1997;21:84-91.
175. Yang B, Barloi A, Kern M. Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. *Dent Mater* 2010;26:44-50.
176. de Oyague RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. *Dent Mater* 2009;25:172-179.

177. Wege HA, Aguilar JA, Rodriguez-Valverde MA, Toledano M, Osorio R, Cabrerizo-Vilchez MA. Dynamic contact angle and spreading rate measurements for the characterization of the effect of dentin surface treatments. *J Colloid Interface Sci* 2003;263:162-169.
178. İnan H. Tam Protezlerde Kullanılan Farklı Kaide Materyallerinin Yüzey Pürüzlülüğü, Yüzey Islanabilirliği ve Mikroorganizma Tutunması Yönünden İn Vitro İncelenmesi. Protetik Diş Tedavisi, [Doktora Tezi]. Ankara: Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü; 2007.
179. Whitehead SA, Shearer AC, Watts DC, Wilson NH. Comparison of methods for measuring surface roughness of ceramic. *J Oral Rehabil* 1995;22:421-427.
180. Bourauel C, Fries T, Drescher D, Plietsch R. Surface roughness of orthodontic wires via atomic force microscopy, laser specular reflectance, and profilometry. *Eur J Orthod* 1998;20:79-92.
181. Goldstein J, Lyman CE, Newbury DE, et al. Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis. 3rd ed. New York: Springer; 2003.
182. Blanchard CR. Atomic force microscopy. *The chemical educator* 1996;1:1-8.
183. Marshall SJ, Bayne SC, Baier R, Tomsia AP, Marshall GW. A review of adhesion science. *Dental materials* 2010;26:e11-e16.
184. Briggs D, Seah MP. Practical surface analysis by Auger and X-ray photoelectron spectroscopy. 2nd ed. Chichester; New York: J. Wiley 1990.
185. O'Connor DJ, Sexton BA, Smart RSC. Surface analysis methods in materials science. 2nd ed. Berlin: Springer-Verlag; 2003.
186. Douglas SA, James HF, Timothy NA. Principles of instrumental analysis. 5th ed. Philadelphia: Saunders College Pub; 1998.
187. Tanumiharja M, Burrow MF, Tyas MJ. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. *Dental Materials* 2000;16:180-187.
188. Oilo G. Bond strength testing--what does it mean? *International dental journal* 1993;43:492-498.

189. Altay N, Akça T. Invitro bağlantı kuvveti ölçme testlerinin değerlendirilmesi. *HÜ Diş Hek Fak Derg* 2002;26:32-38.
190. Shimoe S, Tanoue N, Yanagida H, Atsuta M, Koizumi H, Matsumura H. Comparative strength of metal-ceramic and metal-composite bonds after extended thermocycling. *J Oral Rehabil* 2004;31:689-694.
191. Guess PC, Kulis A, Witkowski S, Wolkewitz M, Zhang Y, Strub JR. Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. *Dent Mater* 2008;24:1556-1567.
192. Saito A, Komine F, Blatz MB, Matsumura H. A comparison of bond strength of layered veneering porcelains to zirconia and metal. *J Prosthet Dent* 2010;104:247-257.
193. Al-Dohan HM, Yaman P, Dennison JB, Razzoog ME, Lang BR. Shear strength of core-veneer interface in bi-layered ceramics. *J Prosthet Dent* 2004;91:349-355.
194. Della Bona A, van Noort R. Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *J Dent Res* 1995;74:1591-1596.
195. Hara AT, Pimenta LA, Rodrigues AL, Jr. Influence of cross-head speed on resin-dentin shear bond strength. *Dent Mater* 2001;17:165-169.
196. Chang JC, Nguyen T, Duong JH, Ladd GD. Tensile bond strengths of dual-cured cements between a glass-ceramic and enamel. *J Prosthet Dent* 1998;79:503-507.
197. Nikaido T, Cho E, Nakajima M, et al. Tensile bond strengths of resin cements to bovine dentin using resin coating. *Am J Dent* 2003;16 Spec No:41a-46a.
198. Dental materials-Testing of adhesion to tooth structure. In: ISO/TS 11405 Technical Specification. 2nd ed, Geneva, Switzerland; 2003.
199. El Zohairy AA, de Gee AJ, de Jager N, van Ruijven LJ, Feilzer AJ. The influence of specimen attachment and dimension on microtensile strength. *J Dent Res* 2004;83:420-424.

200. Sano H, Shono T, Sonoda H, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 1994;10:236-240.
201. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, et al. The microtensile bond test: A review. *Journal of Adhesive Dentistry* 1999;1:299-309.
202. Cekic-Nagas I, Ergun G, Egilmez F, Vallittu PK, Lassila LV. Micro-shear bond strength of different resin cements to ceramic/glass-polymer CAD-CAM block materials. *J Prosthodont Res* 2016;60:265-273.
203. Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater* 2006;22:195-200.
204. Passia N, Mitsias M, Lehmann F, Kern M. Bond strength of a new generation of universal bonding systems to zirconia ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater* 2016;62:268-274.
205. Papacchini F, Toledano M, Monticelli F, et al. Hydrolytic stability of composite repair bond. *Eur J Oral Sci* 2007;115:417-424.
206. McInnes PM, Dickinson GL. The effect of thermocycling in microleakage analysis. *Dental Materials* 1992;8:181-184.
207. Mair L, Padipatvuthikul P. Variables related to materials and preparing for bond strength testing irrespective of the test protocol. *Dent Mater* 2010;26:e17-23.
208. Miyazaki M, Sato M, Onose H, Moore BK. Influence of thermal cycling on dentin bond strength of two-step bonding systems. *Am J Dent* 1998;11:118-122.
209. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res* 2000;79:1385-1391.
210. Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 1999;27:89-99.

211. Kelly JR. Dental ceramics: current thinking and trends. *Dent Clin North Am* 2004;48:513-530.
212. Pallis K, Griggs JA, Woody RD, Guillen GE, Miller AW. Fracture resistance of three all-ceramic restorative systems for posterior applications. *J Prosthet Dent* 2004;91:561-569.
213. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater* 2004;20:449-456.
214. Burke FJ. The effect of variations in bonding procedure on fracture resistance of dentin-bonded all-ceramic crowns. *Quintessence Int* 1995;26:293-300.
215. Filho AM, Vieira LC, Araujo E, Monteiro Junior S. Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont* 2004;13:28-35.
216. Burke FJ, Fleming GJ, Nathanson D, Marquis PM. Are adhesive technologies needed to support ceramics? An assessment of the current evidence. *J Adhes Dent* 2002;4:7-22.
217. Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ. Dental luting agents: A review of the current literature. *J Prosthet Dent* 1998;80:280-301.
218. Duske K, Koban I, Kindel E, et al. Atmospheric plasma enhances wettability and cell spreading on dental implant metals. *J Clin Periodontol* 2012;39:400-407.
219. Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to alumina ceramic surfaces. *Acta Odont Scand* 2006;64:227-230.
220. Vogelsang A, Ohl A, Steffen H, Foest R, Schröder K, Weltmann KD. Locally resolved analysis of polymer surface functionalization by an atmospheric pressure argon microplasma jet with air entrainment. *Plasma Processes and Polymers* 2010;7:16-24.
221. Vechiato-Filho AJ, Matos AO, Landers R, et al. Surface analysis and shear bond strength of zirconia on resin cements after non-thermal plasma treatment

- and/or primer application for metallic alloys. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl* 2017;72:284-292.
222. Blatz MB, Chiche G, Holst S, Sadan A. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence Int* 2007;38:745-753.
223. Ozcan M, Pfeiffer P, Nergiz I. A brief history and current status of metal-and ceramic surface-conditioning concepts for resin bonding in dentistry. *Quintessence Int* 1998;29:713-724.
224. Takeuchi K, Fujishima A, Manabe A, et al. Combination treatment of tribochemical treatment and phosphoric acid ester monomer of zirconia ceramics enhances the bonding durability of resin-based luting cements. *Dent Mater J* 2010;29:316-323.
225. Casucci A, Monticelli F, Goracci C, et al. Effect of surface pre-treatments on the zirconia ceramic-resin cement microtensile bond strength. *Dent Mater* 2011;27:1024-1030.
226. Korkmaz FM, Bagis B, Turgut S, Ates SM, Ayaz EA. Effect of surface treatments on the bond strength of veneering ceramic to zirconia. *J Appl Biomater Funct Mater* 2015;13:17-27.
227. Mosharraf R, Rismanchian M, Savabi O, Ashtiani AH. Influence of surface modification techniques on shear bond strength between different zirconia cores and veneering ceramics. *J Adv Prosthodont* 2011;3:221-228.
228. Oilo M, Tvinnereim HM, Gjerdet NR. Qualitative and quantitative fracture analyses of high-strength ceramics. *Eur J Oral Sci* 2009;117:187-193.
229. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater* 1999;15:426-433.
230. Özcan M. Evaluation of alternative intra-oral repair techniques for fractured ceramic-fused-to-metal restorations. *Journal of oral rehabilitation* 2003;30:194-203.

231. Nakamura S, Yoshida K, Kamada K, Atsuta M. Bonding between resin luting cement and glass infiltrated alumina-reinforced ceramics with silane coupling agent. *J Oral Rehabil* 2004;31:785-789.
232. Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. *J Prosthet Dent* 2004;92:265-273.
233. Phark JH, Duarte S, Jr., Blatz M, Sadan A. An in vitro evaluation of the long-term resin bond to a new densely sintered high-purity zirconium-oxide ceramic surface. *J Prosthet Dent* 2009;101:29-38.
234. Friederich R, Kern M. Resin bond strength to densely sintered alumina ceramic. *Int J Prosthodont* 2002;15:333-338.
235. Madani M, Chu FC, McDonald AV, Smales RJ. Effects of surface treatments on shear bond strengths between a resin cement and an alumina core. *J Prosthet Dent* 2000;83:644-647.
236. Magne P, Paranhos MP, Burnett LH, Jr. New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements. *Dent Mater* 2010;26:345-352.
237. Koizumi H, Nakayama D, Komine F, Blatz MB, Matsumura H. Bonding of resin-based luting cements to zirconia with and without the use of ceramic priming agents. *J Adhes Dent* 2012;14:385-392.
238. Yun JY, Ha SR, Lee JB, Kim SH. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. *Dent Mater* 2010;26:650-658.
239. Toman M, Toksavul S, Gökçe B, et al. Zirkonya seramik ile kompozit rezin siman arasındaki bağlanma direnci üzerine yüzey hazırlama tipinin etkisi. *EÜ Diş Hek Fak Derg* 2014;35:33-40.
240. Kumbuloglu O, Lassila LV, User A, Vallittu PK. Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasion methods. *Oper Dent* 2006;31:248-255.

241. Bouillaguet S, Troesch S, Wataha JC, Krejci I, Meyer JM, Pashley DH. Microtensile bond strength between adhesive cements and root canal dentin. *Dent Mater* 2003;19:199-205.
242. Ceballos L, Camejo DG, Fuentes MV, et al. Microtensile bond strength of total-etch and self-etching adhesives to caries-affected dentine. *Journal of Dentistry* 2003;31:469-477.
243. Attia A, Kern M. Effect of cleaning methods after reduced-pressure air abrasion on bonding to zirconia ceramic. *J Adhes Dent* 2011;13:561-567.
244. Bekes K, Boeckler L, Gernhardt CR, Schaller HG. Clinical performance of a self-etching and a total-etch adhesive system - 2-year results. *J Oral Rehabil* 2007;34:855-861.
245. Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA. The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. *Oper Dent* 2005;30:382-388.
246. Palacios RP, Johnson GH, Phillips KM, Raigrodski AJ. Retention of zirconium oxide ceramic crowns with three types of cement. *J Prosthet Dent* 2006;96:104-114.
247. Blatz MB. Long-term clinical success of all-ceramic posterior restorations. *Quintessence Int* 2002;33:415-426.
248. Lee HJ, Ryu JJ, Shin SW, Suh KW. Effect of surface treatment methods on the shear bond strength of resin cement to zirconia ceramic. *J Korean Acad Prosthodont* 2007;45:743-752.
249. Quaas AC, Yang B, Kern M. Panavia F 2.0 bonding to contaminated zirconia ceramic after different cleaning procedures. *Dent Mater* 2007;23:506-512.
250. Price RB, Hall GC. In vitro comparison of 10-minute versus 24-hour shear bond strengths of six dentin bonding systems. *Quintessence Int* 1999;30:122-134.

251. Moll K, Fritzenschaft A, Haller B. In vitro comparison of dentin bonding systems: effect of testing method and operator. *Quintessence Int* 2004;35:845-852.
252. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res* 2005;84:118-132.
253. DeHoff PH, Anusavice KJ, Wang Z. Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. *Dent Mater* 1995;11:126-131.
254. Dundar M, Ozcan M, Gokce B, Comlekoglu E, Leite F, Valandro LF. Comparison of two bond strength testing methodologies for bilayered all-ceramics. *Dent Mater* 2007;23:630-636.
255. Gungor MB, Nemli SK, Bal BT, Unver S, Dogan A. Effect of surface treatments on shear bond strength of resin composite bonded to CAD/CAM resin-ceramic hybrid materials. *J Adv Prosthodont* 2016;8:259-266.
256. Lindemuth JS, Hagge MS. Effect of universal testing machine crosshead speed on the shear bond strength and bonding failure mode of composite resin to enamel and dentin. *Mil Med* 2000;165:742-746.
257. Andreatta Filho OD, Araujo MA, Bottino MA, Nishioka RS, Menezes MM. Study of thermocycling effect on the bond strength between an aluminous ceramic and a resin cement. *J Appl Oral Sci* 2005;13:53-57.
258. Muller JA, Rohr N, Fischer J. Evaluation of ISO 4049: water sorption and water solubility of resin cements. *Eur J Oral Sci* 2017;125:141-150.
259. Leibrock A, Degenhart M, Behr M, Rosentritt M, Handel G. In vitro study of the effect of thermo- and load-cycling on the bond strength of porcelain repair systems. *J Oral Rehabil* 1999;26:130-137.
260. Akyil MS, Uzun IH, Bayindir F. Bond strength of resin cement to yttrium-stabilized tetragonal zirconia ceramic treated with air abrasion, silica coating, and laser irradiation. *Photomed Laser Surg* 2010;28:801-808.

261. Zhang M, Zhang Z, Ding N, Zheng D. Effect of airborne-particle abrasion of presintered zirconia on surface roughness and bacterial adhesion. *J Prosthet Dent* 2015;113:448-452.
262. Vechiato Filho AJ, dos Santos DM, Goiato MC, et al. Surface characterization of lithium disilicate ceramic after nonthermal plasma treatment. *The Journal of prosthetic dentistry* 2014;112:1156-1163.
263. Fricke K, Steffen H, Von Woedtke T, Schröder K, Weltmann KD. High rate etching of polymers by means of an atmospheric pressure plasma jet. *Plasma Processes and Polymers* 2011;8:51-58.
264. Wan Y, Qu X, Lu J, et al. Characterization of surface property of poly(lactide-co-glycolide) after oxygen plasma treatment. *Biomaterials* 2004;25:4777-4783.
265. Kern M, Barloi A, Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *Journal of Dental Research* 2009;88:817-822.
266. Yi YA, Ahn JS, Park YJ, et al. The effect of sandblasting and different primers on shear bond strength between yttria-tetragonal zirconia polycrystal ceramic and a self-adhesive resin cement. *Operative dentistry* 2015;40:63-71.
267. Valandro LF, Ozcan M, Bottino MC, Bottino MA, Scotti R, Bona AD. Bond strength of a resin cement to high-alumina and zirconia-reinforced ceramics: the effect of surface conditioning. *J Adhes Dent* 2006;8:175-181.
268. Wada T. Development of a new adhesive material and its properties. In: *Proceedings of the International Symposium on Adhesive Prosthodontics*. Amsterdam, Netherlands: Academy of Dental Materials, 1986:9-18.
269. de Souza GM, Silva NR, Paulillo LA, De Goes MF, Rekow ED, Thompson VP. Bond strength to high-crystalline content zirconia after different surface treatments. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2010;93:318-323.
270. da Silva EM, Miragaya L, Sabrosa CE, Maia LC. Stability of the bond between two resin cements and an yttria-stabilized zirconia ceramic after six months of aging in water. *J Prosthet Dent* 2014;112:568-575.

ÖZGEÇMİŞ

Adı – Soyadı: Merve Altuntaş

Doğum Tarihi: 19.06.1990

Doğum Yeri: Ankara

Eğitim: 2004-2008 İzmir Bornova Anadolu Lisesi

2008-2013 Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi

2014-2018 İzmir Kâtip Çelebi Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik

Diş Tedavisi Uzmanlık Eğitimi

Katıldığı Kongre/Kurs:

- İzmir Chamber of Dentists 21th International Scientific Congress and Expodental, November 28-30 2014, İzmir, Türkiye.
- 39th Annual Conference of the European Prosthodontic Association, September 3-5, 2015, Prag, Czech Republic.
- 22. Uluslararası Türk Prostodonti ve İmplantoloji Derneği Bilimsel Kongresi, 12-15 Kasım, 2015, Antalya, Türkiye.
- İzmir Chamber of dentists 22th international scientific congress and Expodental, November, 27-29, 2015, İzmir, Türkiye.
- ITI Türkiye&Azerbaycan Kongresi, 2015, Antalya, Türkiye.
- 21th BaSS Congress, May, 12-15, 2016, Banja-Luka, Bosnia&Herzegovina.

- TDA 22th International Dental Congress, May, 19-21, 2016, İzmir, Türkiye.
- ITI Türkiye&Azerbaycan Kongresi, 2-4 Aralık, 2016, Antalya, Türkiye.
- Izmir Chamber of dentists 24th international scientific congress and Expodental, November, 10-12, 2017, İzmir, Türkiye.
- Sirona CAD/CAM Uygulamalı Kurs Seviye 1, İstanbul, Türkiye.
- 4. Genç EDAD Sempozyumu, 9-10 Mart, 2018, İzmir, Türkiye.

Bildiriler:

- Çölgeçen Ö, Topal ES, **Altuntaş M.** Karbamid Peroksit Bazlı Beyazlatma Ajanlarının İmplant Titanyum Alaşımlarına Etkileri. İZDO 21. Uluslararası Bilimsel Kongre ve Sergisi, 28-30 Kasım, 2014, İzmir.
- Çölgeçen Ö, **Altuntaş M.** Prosthetic Reconstruction of Anterior Alveolar Cleft Using Removable Partial Denture. EPA 39th Annual Conference, September 3-5, 2015, Prag, Czech Republic.
- Çölgeçen Ö, Ercan UK, **Altuntaş M,** İbiş F. The Effects of Non-thermal Plasma Application on Surface Wettability of Zirconia Ceramics. 22. Uluslararası Türk Prostodonti ve İmplantoloji Derneği Bilimsel Kongresi, 12-15 Kasım, 2015, Antalya
- Çölgeçen Ö, **Altuntaş M.** Glass Fiber Reinforced Composite Bridge Using Acrylic Denture Tooth Pontic. İZDO 22. Uluslararası Bilimsel Kongre ve Sergisi, 27-29 Kasım, 2015, İzmir, Türkiye.
- Akan E, **Altuntaş M,** Sular G. Glass Fiber Reinforced Adhesive Composite Resin Bridge. 22. TDB Uluslararası Diş Hekimliği Kongresi, 19-21 Mayıs, 2016, İzmir, Türkiye.
- **Velioğlu E,** Taşdemir İ, Altuntaş M, Enhoş D. Dikey Boyut Kaybı Olan Hastaların Plak İle Dikey Boyutunun Belirlenmesi. İZDO 24. Uluslararası Bilimsel Kongre ve Sergisi, 10-12 Kasım, 2017, İzmir, Türkiye.
- Fiberle Güçlendirilmiş Kompozit Rezin Köprü Uygulaması: Olgu Sunumu. 23. Uluslararası Türk Prostodonti ve İmplantoloji Derneği Bilimsel Kongresi, 9-12 Kasım, 2017, Muğla, Türkiye.

Yazışma Adresi: İzmir Kâtip Çelebi Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş
Tedavisi Anabilim Dalı

Aydınlıkevler Mah Cemil Meriç Cad 6780 sok. No:48 Çiğli/İzmir

Tel: 0 232 325 40 40 / 2650

e-posta: merrve.altuntas@gmail.com

