

T.C.
EGE ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FARKLI YÜZEY HAZIRLAMA İŞLEMLERİNİN ZİRKONYA-REZİN BAĞLANTI
DEĞERLERİNE ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI

Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı

Doktora Tezi

Diş Hekimi

Seda ŞANLI

DANIŞMAN

Doç. Dr. Mine DÜNDAR ÇÖMLEKOĞLU

İZMİR

2013

T.C.
EGE ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FARKLI YÜZEY HAZIRLAMA İŞLEMLERİNİN ZİRKONYA-REZİN BAĞLANTI
DEĞERLERİNE ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI

Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı

Doktora Tezi

Diş Hekimi

Seda ŞANLI

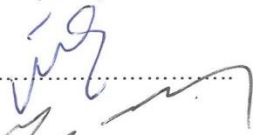
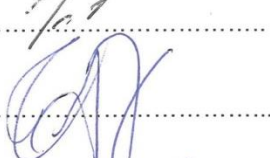
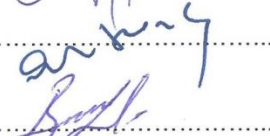

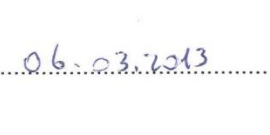
DANIŞMAN

Doç. Dr. Mine DÜNDAR ÇÖMLEKOĞLU

İZMİR

2013

DEĞERLENDİRME KURULU ÜYELERİ

(Adı Soyadı)	(İmza)
Başkan : Doç.Dr. Mine D. ÇÖMLEKOĞLU (Danışman)	
Üye : Prof.Dr. Mehmet SONUGELEN	
Üye : Prof.Dr. Tijen PAMİR	
Üye : Prof.Dr. Celal ARTUNÇ	
Üye : Yrd.Doç.Dr. Bahadır UYULGAN	

Doktora Tezinin kabul edildiği tarih:06.03.2013.....

ÖNSÖZ

Doktoramın ilk yıllarında hekimlik ve insanlık adına kendisinden çok şey öğrendiğim, kendi değerleri ve doğrularını her zaman savunarak günümüz koşullarında insana yakışır bir şekilde yaşanabileceğinin bir kanıtı olan değerli hocam Prof. Dr. Cenk Cura'ya,

Mesleki ve bilimsel olarak her zaman destek olan, yol gösteren, ufkumu genişleten, bu süreci iyi niyet, saygı ve güven ortamı içinde geçirmemi ve insana olan inancımın tazelenmesini sağlayan ve hayatımda çok önemli bir yere sahip olan değerli hocam ve ablam Doç. Dr. Mine Dünder Çömlekoğlu'na,

Mesleğimde kendimi geliştirmem için beni aydınlatan ve yönlendiren, öğrenimim boyunca pek çok konuda bana destek ve yardımcı olan değerli hocam ve ağabeyim Doç. Dr. M. Erhan Çömlekoğlu'na,

Tez çalışmam sırasında önerileri, soruları ve eleştirileri ile beni sürekli zorlayarak soru sormayı öğrenmemi sağlayan, ezbere adım atmamı engelleyen ve doktora sürecimin amacına ulaşmasında büyük katkıları olan Prof. Dr. Brian W. Darvell'e,

Öğrenimim boyunca benden bilgi ve tecrübelerini esirgemeyen, bana çok şey katan değerli hocalarım; Prof. Dr. Ebru Çal, Doç. Dr. Bülent Gökçe, Doç. Dr. Gülcan Coşkun Akar, Dr. Rahime Tüzünsoy Aktaş ve Dr. Akın Aladağ'a,

Doktora süreci boyunca hem klinik hem tez çalışmalarımda bana her zaman destek ve yardımcı olup çözüm yolu gösteren sevgili arkadaşım Dt. Habibe Öztürk'e, bu sürecin en güzel sonuçlarından olan ve en önemli anlarımda her zaman yanımda olup desteklerini hissettirmiş olan sevgili arkadaşlarım Fatoş Akkuş, Dt. Pınar Bingöl, Dt. Begüm Yerci, Dt. Bengisu Yıldırım, Dt. Beste Becerikli, Dt. Gözde Yerlioğlu, Dt. Bahar Elter, Dt. Sena Ünal ve Dt. Firuzan Tekeroğlu'na,

Tez çalışmam sırasında bilgileri, tecrübeleri ve önerileri ile bana yol gösteren ve daha iyi bir çalışma yapmamı sağlayan değerli hocalarım Prof. Dr. Tijen Pamir ve Prof. Dr. Mehmet Sonugelen'e,

Benim için kalıplaşmış sözlerin çok daha fazlasını ifade eden ve herşeyden çok değer verdiğim ailem; hayatım boyunca bana inanan ve destekleyen, sevgi ve özveri ile yetiştiren babam Sami Karakurt ve annem Sakine Karakurt'a, herşeyimi paylaştığım, varlığı benim için güç ve mutluluk kaynağı olan kardeşim Sema Karakurt'a ve hayatıma girerek "ailem"i tamamlayan, bu süreçte ve her anımda bana büyük sabır gösterip destek olan eşim Levent Şanlı'ya,

Teşekkür ederim.

İzmir 2013

Diş Hekimi Seda Şanlı

İÇİNDEKİLER

İÇİNDEKİLER	I
ŞEKİL LİSTESİ.....	V
RESİM LİSTESİ.....	VI
TABLO LİSTESİ.....	XI
GRAFİK LİSTESİ	XIV
BÖLÜM I GİRİŞ	1
1.1. Genel Bilgiler.....	1
1.1.1. Dental Uygulamalar İçin Uygun Olan Farklı Zirkonya Seramik Tipleri	4
1.1.1.1. <i>Yttria</i> ile Stabilize (Y-TZP) Tetragonal Polikristalin Zirkonya	4
1.1.1.2. Zirkonya ile Sertleştirilmiş Alumina.....	6
1.1.1.3. Magnezya ile Kısmi Stabilize Zirkonya.....	7
1.1.2. Faz Yapıları ve Dönüşüm Sertleşmesi	8
1.1.3. Düşük Isı Bozunumu (LTD) ve Yaşlanma.....	9
1.1.4. Radyoaktivite	11
1.1.5. Biyouyumluluk	12
1.1.6. Optik Özellikler.....	12
1.2. Zirkonya Blokların Üretimi	14
1.2.1. Zirkonyum Oksit Alt Yapı Üretim Yöntemleri.....	14
1.2.1.1. Pre-Sinterize Blokların Freze Edilmesi.....	16
1.2.1.2. 3Y-TZP ve Mg-PZS Tam Sinterize Blokların Freze Edilmesi ...	18

1.3. Y-TZP Alt Yapılı Restorasyonlarda Simantasyon Öncesi	
Yüzey Hazırlık İşlemleri	19
1.3.1. Mekanik Bağlanma	19
1.3.1.1. Asit ile Pürüzlendirme	19
1.3.1.2. Aşındırma.....	19
1.3.1.3. Döner Aletler ile Pürüzlendirme	20
1.3.1.4. Lazer ile Pürüzlendirme	21
1.3.2. Kimyasal Bağlanma	21
1.3.2.1. Silika Kaplama	21
1.3.2.2. Selektif İnfiltrasyon Dağlama ile Pürüzlendirme	23
1.3.2.3. Silan Bağlayıcı Ajanlar	23
1.3.3. Deneysel Yöntemler.....	24
1.4. Diş Hekimliğinde Sık Kullanılan Mekanik Test Yöntemleri.....	26
1.4.1. Burma Testi.....	26
1.4.2. Makaslama Testi	27
1.4.3. Mikro Makaslama Testi	28
1.4.4. Çekme Testi	28
1.4.5. Mikro Çekme Testi	29
1.4.6. Eğme (Bükme) Testleri.....	30
1.5. Mekanik Testler Sonucu Oluşan Kırık Yüzeylerinin Tetkiki	33
1.5.1. Yüzey Görüntüleme Yöntemleri	33
1.5.2. Kimyasal Analiz Yöntemleri	34

BÖLÜM II GEREÇ VE YÖNTEM	37
2.1. Ön Çalışma.....	37
2.2. Y-TZP Örneklerin Hazırlanması.....	40
2.2.1. Y-TZP Örneklerin Sinterizasyonu	42
2.2.2. Ultrasonik Temizlik	42
2.3. Yüzey Hazırlık İşlemleri.....	43
2.3.1. Kontrol Grubu	44
2.3.2. Kuşlama Grubu.....	44
2.3.3. Zirkonya Primer Grubu	45
2.3.4. Glazür + Hidroflorik Asit (HF) Grubu.....	46
2.3.5. Arayüz cam seramiği Grubu	47
2.4. Örneklerin Simantasyonu.....	50
2.5. Dört Nokta Eğme Testi	52
2.5.1. Dört nokta eğme test düzeneğinin hazırlanması	52
2.6. Dört Nokta Eğme Testi Sonrası Kırık Tiplerinin Belirlenmesi.....	54
2.7. Çevresel Taramalı Elektron Mikroskop (ESEM) Görüntülemesi ve Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi (EDS/EDX) Analizi	54
2.8. İstatistiksel Analiz.....	55
BÖLÜM III BULGULAR	56
3.1. Dört Nokta Eğme Testi Bulguları	56
3.1.1. Kontrol Grubu	59
3.1.2. Kuşlama Grubu.....	59
3.1.3. Zirkonya Primer Grubu.....	60

3.1.4. Glazür + HF Grubu	60
3.1.5. Arayüz cam seramiği Grubu	61
3.2. Kırık Tiplerinin Dağılımı	62
3.3. ESEM ve EDS Bulguları.....	65
3.3.1. Kontrol grubu	66
3.3.2. Kuşlama Grubu.....	73
3.3.3. Zirkonya Primer Grubu.....	79
3.3.4. Glazür + HF Grubu	90
3.3.5. Arayüz cam seramiği Grubu	100
BÖLÜM IV TARTIŞMA	111
BÖLÜM V SONUÇ VE ÖNERİLER.....	129
BÖLÜM VI ÖZET.....	130
BÖLÜM VI ABSTRACT	133
ÖZGEÇMİŞ	135
BÖLÜM VII KAYNAKLAR	136

ŐEKİL LİSTESİ

Őekil 1: Dört nokta eğme testi düzeneđi Őeması ve ölçüleri	53
---	----

RESİM LİSTESİ

Resim 1: Kopya- freze sistemi	15
Resim 2: CAD ve mekanik freze sistemi	15
Resim 3: CAD/CAM sistemi.....	16
Resim 4: Burma testi düzenekleri	26
Resim 5: Makaslama test düzeneği	27
Resim 6: Mikro makaslama testi düzeneği.....	28
Resim 7: Çekme testi düzeneği	28
Resim 8: Mikro çekme testi düzeneği	29
Resim 9: Üç nokta eğme testi düzeneği	31
Resim 10: Dört nokta eğme testi düzeneği.....	32
Resim 11: Üç top üzerine piston test düzeneği	32
Resim 12: Çevresel taramalı elektron mikroskobu	34
Resim 13: Akrilik rezin blok ve tutucu kalıba uyumlandırma aşaması.....	38
Resim 14: Akrilik rezin blok ile akrilik tutucu arasındaki anahtar-kilit ilişkisi	38
Resim 15 : Akrilik rezin örnekler.....	39
Resim 16: Hatalı test düzeneği ve düzeltme sonrası	39
Resim 17: Akrilik tutucu kalıpları.....	40
Resim 18: Kesme diskinde paralel yerleştirilen zirkonya blok	41

Resim 19: Kesme diskine dik yerleştirilen zirkonya blok.....	41
Resim 20: Bar şeklindeki presinterize zirkonya örnekler.....	42
Resim 21: Ultrasonik temizlik uygulanan örnekler.....	43
Resim 22: Kontrol grubundaki örnekler.....	44
Resim 23: Kumlama cihazı ve örneklere uygulanan kumlama işlemi	45
Resim 24: Örneklere zirkonya primer uygulanması.....	45
Resim 25: Örneklere glazür tabakasının uygulanması	46
Resim 26: Örneklere glazür fırınlamasının uygulanması.....	46
Resim 27: Örneklere HF asit jeli uygulanması.....	47
Resim 28: Örneklere cam seramik malzemenin uygulanması	48
Resim 29: Örneklere kristalizasyon fırınlamasının uygulanması.....	48
Resim 30: Simantasyonda kullanılan bireysel kalıp ve simantasyon işlemi	51
Resim 31: Çalışmada kullanılan dört nokta eğme testi düzeneği.....	52
Resim 32: Örneklere dört nokta eğme testinin uygulanması.....	53
Resim 33: ESEM görüntülemesi ve EDS analizi için kullanılan cihaz (a) ve örneklerin yerleşimi (b, c)	54
Resim 34: P siman grubuna ilişkin 10X büyütmede ışık mikroskobu görüntüleri	64
Resim 35: R siman grubuna ilişkin 10X büyütmede ışık mikroskobu görüntüleri	65
Resim 36: C grubunda P (a) ve R (b) simanlarına ilişkin 58X VE 10000X büyütmedeki ESEM görüntüleri	66

Resim 37: P siman grubunda C yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 2)	67
Resim 38: P siman grubunda C yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 1)	68
Resim 39: R siman grubunda C yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 8)	70
Resim 40: R siman grubunda C yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 7)	71
Resim 41: Sb grubunda P (a) ve R (b) simanlarına ilişkin 58X VE 10000X büyütmedeki ESEM görüntüleri	73
Resim 42: P siman grubunda Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 3)	74
Resim 43: P siman grubunda Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 4)	75
Resim 44: R siman grubunda Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 13)	77
Resim 45: R siman grubunda Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 14)	78
Resim 46: Z grubunda P (a) ve R (b) simanlarına ilişkin 58X VE 10000X büyütmedeki ESEM görüntüleri	80
Resim 47: P siman grubunda Z yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 7)	81

Resim 48: P siman grubunda Z yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 6)	82
Resim 49: P siman grubunda Z yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 5)	84
Resim 50: R siman grubunda Z yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 15)	85
Resim 51: R siman grubunda Z yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 16)	87
Resim 52: R siman grubunda Z yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 17)	88
Resim 53: GHF grubunda P (a) ve R (b) simanlarına ait 58X VE 10000X büyütmedeki ESEM görüntüleri	90
Resim 54: P siman grubunda GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 8)	91
Resim 55: P siman grubunda GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 9)	92
Resim 56: P siman grubunda GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 10)	94
Resim 57: R siman grubunda GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 19)	95
Resim 58: R siman grubunda GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 20)	97

Resim 59: R siman grubunda GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 21)	99
Resim 60: CC grubunda P ve R simanlarına ilişkin 58X VE 10000X büyütmedeki ESEM görüntüleri	101
Resim 61: P siman grubunda CC yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 1)	101
Resim 62: P siman grubunda CC yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 2)	103
Resim 63: P siman grubunda CC yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 3)	104
Resim 64: R siman grubunda CC yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 22)	106
Resim 65: R siman grubunda CC yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 23)	107
Resim 66: R siman grubunda CC yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 24)	109

TABLO LİSTESİ

Tablo 1: Örnek sayısının siman ana grupları ve yüzey hazırlık işlemi alt gruplarına göre dağılımı	43
Tablo 2: Çalışmada kullanılan materyaller ve kimyasal yapıları	50
Tablo 3: İstatistiksel analiz sonuçlarının siman ana grupları ve yüzey hazırlık işlemi alt gruplarına göre dağılımı.....	58
Tablo 4: Dört nokta eğme testi sonucu oluşan kırık tiplerinin siman ana ve yüzey işlemi alt gruplarına göre dağılımı	62
Tablo 5: P siman grubu C yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 2).....	68
Tablo 6: P siman grubu C yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 1).....	69
Tablo 7: R siman grubu C yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 8).....	71
Tablo 8: R siman grubu C yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 7).....	72
Tablo 9: P siman grubu Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 3).....	75
Tablo 10: P siman grubu Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 4).....	76

Tablo 11: R siman grubu Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 13).....	78
Tablo 12: R siman grubu Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 14).....	79
Tablo 13: P siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 7).....	82
Tablo 14: P siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 6).....	83
Tablo 15: P siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 5).....	85
Tablo 16: R siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 15).....	86
Tablo 17: R siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 16).....	88
Tablo 18: R siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 17).....	89
Tablo 19: P siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 8).....	92
Tablo 20: P siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 9).....	93
Tablo 21: P siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 10).....	95

Tablo 22: R siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 19).....	96
Tablo 23: R siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 20).....	98
Tablo 24: R siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 21).....	100
Tablo 25: P siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 1).....	102
Tablo 26: P siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 2).....	104
Tablo 27: P siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 3).....	105
Tablo 28: R siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 22).....	107
Tablo 29: R siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 23).....	108
Tablo 30: R siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 24).....	110

GRAFİK LİSTESİ

Grafik 1: P ve R siman gruplarında ortalama FPBD	56
Grafik 2: C, Sb, Z, GHF, CC yüzey işlemleri alt gruplarında ortalama FPBD.....	57
Grafik 3: P ve R siman grupları için her yüzey işlemleri alt grubunun ortalama FPBD'si	57
Grafik 4: P siman grubu C yüzey hazırlık işlemleri alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 2).....	67
Grafik 5: P siman grubu C yüzey hazırlık işlemleri alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 1).....	69
Grafik 6: R siman grubu C yüzey hazırlık işlemleri alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 8).....	70
Grafik 7: R siman grubu C yüzey hazırlık işlemleri alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 7).....	72
Grafik 8: P siman grubu Sb yüzey hazırlık işlemleri alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 3).....	74
Grafik 9: P siman grubu Sb yüzey hazırlık işlemleri alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 4).....	76
Grafik 10: R siman grubu Sb yüzey hazırlık işlemleri alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 13).....	77
Grafik 11: R siman grubu Sb yüzey hazırlık işlemleri alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 14).....	79
Grafik 12: P siman grubu Z yüzey hazırlık işlemleri alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 7).....	81

Grafik 13: P siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 6).....	83
Grafik 14: P siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 5).....	84
Grafik 15: R siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 15).....	86
Grafik 16: R siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 16).....	87
Grafik 17: R siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 17).....	89
Grafik 18: P siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 8).....	91
Grafik 19: P siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 9).....	93
Grafik 20: P siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 10).....	94
Grafik 21: R siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 19).....	96
Grafik 22: R siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 20).....	97
Grafik 23: R siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 21).....	99

Grafik 24: P siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 1).....	102
Grafik 25: P siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 2).....	103
Grafik 26: P siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 3).....	105
Grafik 27: R siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 22).....	106
Grafik 28: R siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 23).....	108
Grafik 29: R siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 24).....	109

BÖLÜM I

GİRİŞ

Zirkonya, yüksek mekanik özellikleri nedeniyle oksit seramikler arasında özel bir yere sahiptir (124). Zirkonya gibi üstün seramik materyallerin, çeşitli biyomedikal uygulamalarda geleneksel materyallerin yerini alabilme potansiyelleri bulunmaktadır. Doğal dönüşüm sertleşme mekanizmasından kaynaklanan yüksek kırılma direnci ve dayanıklılığı ile; kısmen stabilize zirkonya, 1990'ların sonundan beri dental kullanım için uygun bir malzeme olarak tanıtılmıştır. Zirkonyanın; biyoseramik olarak gelişmiş biyouyumluluk, düşük radyoaktivite ve estetik gibi özellikleri de bulunmaktadır. Bilgisayar destekli tasarım/bilgisayar destekli üretim (CAD/CAM) teknolojisinin de güncelleşmesi ile birlikte zirkonya diş hekimliğinde yaygın kullanım alanına sahip olmuştur (189).

Özellikle CAD/CAM sistemlerinin geliştirilmesinden sonra zirkonya ile sabit bölümlü protezler, *post* ve/veya *korlar*, primer ve sekonder kronlar, implantlar ve implant dayanakları yanı sıra kesim frezleri ve cerrahi frezler, kron dışı tutucular ve ortodontik braketler gibi farklı zirkonya bazlı yardımcı dental komponentler gibi yüksek dayanımda alt yapılar üretilmektedir. Ayrıca zirkonya ile ilgili klinik ve laboratuvar çalışmalarının verileri de performansları ve ağızda kalma süreleri ile ilgili olarak umut vericidir (188).

1.1. GENEL BİLGİLER

Günümüz diş hekimliğinde zirkonyum dioksit (zirkonya) tüm seramik restorasyonların güçlendirilmesi amacıyla seramik alt yapılar için kullanılan materyallerden biri haline gelmiştir (74, 156).

Zirkonyum: sembolü Zr, atom numarası 40, ağırlığı 91,22 olan parlak ve korozyona dirençli bir geçiş elementidir. Zirkonyumun yoğunluğu $6,49 \text{ g/cm}^3$, erime noktası $2128 \text{ }^\circ\text{K}$ ($1855 \text{ }^\circ\text{C}$ ya da $3371 \text{ }^\circ\text{F}$) ve kaynama noktası $4682 \text{ }^\circ\text{K}$ 'dir ($4409 \text{ }^\circ\text{C}$ ya da $7968 \text{ }^\circ\text{F}$). Bu

element doğada saf halde bulunmamakta; silikat oksitleri ($ZrO_2 \cdot X SiO_2$) ya da serbest oksitler ile bileşik (ZrO_2) yapmaktadır (18950, 189). Zirkonyum metal oksidi (ZrO_2) 1789'da Alman kimyacı Martin Heinrich Klaproth tarafından, birtakım değerli taşların ısıtılması sonucu reaksiyon ürünü olarak bulunmuştur (98).

Zirkonyum dioksit (ZrO_2), *zirkonya* olarak da bilinen beyaz renkte, toz halinde bulunan bir zirkonyum kristal oksitidir. Doğada saf zirkonyum oksit olarak bulunmayıp Baddeleyit (ZrO_2) ve Zirkon ($ZrSiO_4$) mineralleri olarak bulunmaktadır. Normal sıcaklıklarda, hekzagonal kapalı kristalin yapısı ve zirkonat (ZrO_3^{-2}) ile zirkonil (ZrO^{+2}) gibi çeşitli bileşik formlara sahiptirler. Zirkonya hem asidik hem de bazik özelliklere sahiptir. Zirkonyum oksit kristalleri üç farklı fazda bulunabilirler: 1) kare şeklinde düz bir prizma formunda olan kübik (c) faz, 2) dikdörtgen şeklinde düz bir prizma formunda olan tetragonal (t) faz ve 3) paralel yüzlü deforme olmuş bir prizma formunda olan monoklinik (m) faz. Kübik faz 2370 °C üzerinde kararlıdır (stabilizedir) ve ortalama mekanik özelliklere sahiptir. Tetragonal faz 1170 °C ile 2,370 °C arasında kararlıdır ve üstün mekanik özellikler gösterir. Monoklinik faz oda ısısı ile 1170 °C arasında kararlıdır, düşük mekanik özellikler gösterir ve bu nedenle seramik tanecikleri arasındaki kohezyonun ve yoğunluğun azalmasına neden olabilir (189).

Stabilize zirkonya, zirkonya polimorflarının bir karışımıdır. Kübik ve yarı kararlı tetragonal ZrO_2 karışımı ile elde edilmektedir. Stabilizör, saf zirkonyaya azar azar eklendiğinde 1000°C'nin üzerindeki ısıda zirkonyanın yapısını tetragonal faza taşıyacaktır ve daha düşük ısılarda ise kübik ve monoklinik (ya da tetragonal) fazların karışımı olacaktır. Bu *kısmi stabilize zirkonya* (partially stabilized zirconia=PSZ), tetragonal zirkonya polikristali (TZP) olarak da bilinmektedir. Tetragonal ya da kübik fazda zirkonyayı stabilize etmek için magnezyum oksit (MgO), yttrium oksit (Y_2O_3), kalsiyum oksit (CaO) ve seryum oksit (Ce_2O_3) gibi çok sayıda farklı oksitler eklenebilmektedir. Stabilizör oksitlerin eklenmesi ile oda ısısında çok fazlı bir materyal oluşabilmektedir. Tam kararlı zirkonya, ZrO_2 'e; %16 mol CaO (hacimsel olarak %7,9), %16 mol MgO (hacimsel olarak % 5,86) ya da %8 mol

Y_2O_3 (hacimsel olarak %13,75) eklenmesiyle üretilmektedir ve kübik forma sahiptir. Sertliği ve ısı-şok direnci yüksek olduğu için kolay şekillendirilemeyen değerli bir üründür. Özelliklerinden dolayı bileme işlemlerinde tercih edilmektedir (150, 189). Kısmi stabilize zirkonyanın mekanik özellikleri açısından zirkonyanın en kullanışlı hali olduğu belirtilmektedir (31).

Kısmi stabilize zirkonya (PSZ), saf zirkonyaya stabilize edici oksitlerin belirli miktarlarda eklenmesiyle elde edilmektedir (150). Oda ısısında PSZ'nin mikro yapısı; genellikle esas faz olarak kübik zirkonya ve az miktarda da monoklinik ve tetragonal zirkonya çökeltilerini içermektedir. Bu çökeltiler gren sınırlarında ya da kübik matriks grenlerinin içinde oluşmaktadır (150).Soğuma sırasında tetragonal fazdan monoklinik faza (t-m) geçişte katastrofik başarısızlık için yeterli olan önemli bir hacim artışı (%4,5) ortaya çıkmaktadır. Bu geçiş, soğutma sırasında $950^{\circ}C$ 'de başlamaktadır ve geri dönüşümlüdür. Saf zirkonyanın CaO, MgO, Y_2O_3 ya da CeO_2 gibi stabilize eden oksitlerle alaşımlarının oluşturulması zirkonyanın oda sıcaklığında tetragonal fazda sabitlenmesini sağlamakta, stres üreten t-m dönüşümünü kontrol etmekte, çatlak oluşumunu etkin bir şekilde önlemekte ve yüksek sertlik oluşumunu sağlamaktadır (44).

Zirkonya materyalinin başlangıçtaki yüksek dayanıklılığı ve kırılma sertliği gibi olumlu mekanik özellikleri diğer polikristalin seramiklerde bulunmayan ve “*dönüşüm sertleşmesi*” olarak adlandırılan fiziksel bir özelliğine bağlıdır (16, 74, 99, 156). Kısmi stabilize zirkonyum oksit, gerilim stresleri, aşındırma, sinterizasyon sonrası soğuma ve yüksek kuvvetler gibi dış streslerin neden olduğu bir çatlağın başlangıç aşamasında, tetragonal fazdan monoklinik faza geçmekte ve faz değişimi hacimde % 3-5'lik bir artışa yol açmaktadır. Hacim artışı, çatlak oluşumunun etrafında sıkıştırıcı bir kuvvet oluşturmakta ve çatlağın ilerlemesini engellemektedir. Bu fiziksel özellik “*dönüşüm sertleşmesi*” olarak tanımlanmaktadır (35, 74, 75, 156).

1.1.1. Dental Uygulamalar için Uygun olan Farklı Zirkonya Seramik Tipleri

Zirkonya içerikli pek çok seramik sistemi olmasına karşın, diş hekimliğinde günümüzde yalnızca 3'ü kullanılmaktadır (73, 85). Bunlar; yttrium ile stabilize edilmiş tetragonal polikristalin zirkonya (3Y-TZP), magnezyum ile kısmen stabilize zirkonya (Mg-PSZ) ve zirkonya ile sertleştirilmiş alumina (zirconia toughened alumina= ZTA) şeklinde sınıflandırılmaktadırlar (121).

1.1.1.1. Yttria ile Stabilize Tetragonal Polikristalin Zirkonya (3Y-TZP)

Biyomedikal olarak kullanılan zirkonya (3Y-TZP) genellikle stabilizör olarak % 3 mol yttria (Y_2O_3) içermektedir (150). 3Y-TZP; 1980'lerin sonlarından itibaren büyük oranda total kalça protezlerinde femur başı üretiminde kullanılır iken 2001'de bir dizi kırık gözlenmesi sonucunda kullanım oranı %90'ın üzerinde düşüş göstermiştir. Diş hekimliğinde 3Y-TZP; dental kron ve köprülerin üretiminde kullanılmaktadır. Restorasyonlar; kısmi stabilize bloklardan freze edildikten sonra yüksek ısıda sinterize edilerek ya da tam sinterize bloklardan freze edilerek üretilebilmektedirler (62).

3Y-TZP'nin mekanik özellikleri büyük ölçüde gren büyüklüğü ile ilişkilidir (20, 73, 161). 3Y-TZP, kritik gren boyutunun üstünde daha az kararlı ve kendiliğinden oluşan t-m dönüşümüne daha yatkın iken düşük gren boyutlarında ($<1\mu m$) dönüşüme yatkınlık oranı azalmaktadır (44). Ayrıca belli bir tanecik boyutunun altında ($<0,2\mu m$) kırılma dayanımı azalmakta; ve geri dönüşümü mümkün olamamaktadır. Sonuç olarak sinterleme koşulları ve gren boyutu; ortaya çıkan ürünün mekanik özellikleri ve stabilitesi üzerinde büyük etkiye sahiptir (44). Üretim sıcaklığına, yttrium içeriğine, gren boyutuna ve matrikste yer alan bu ürünlerin niteliksiz olup olmadıklarına bağlı olarak oda ısısında tetragonal fazda parçalanmalar görülebilmektedir (189). Yüksek sinterleme derecesi ve sinterizasyon süresinin uzun olması daha büyük grenlerin oluşumuna neden olmaktadır (32, 161, 170).

Günümüzde dental restorasyonlar için freze edilebilen pre-sinterize 3Y-TZP blokların bitim sinterizasyon ısısı; üreticiye bağlı olarak 1350°C ile 1550°C arasında değişmektedir. Sinterizasyon ısısındaki bu geniş aralık; tanecik boyutuna ve 3Y-TZP'nin faz stabilitesi üzerine de etkili görünmektedir (44).

Scott tarafından yayınlanan faz diyagramına göre, 3Y-TZP; bir miktar kübik zirkonya içermektedir (170). Chevalier ve ark, biyomedikal uygulamalarda 3Y-TZP içinde kübik zirkonya oluşumunun istenilen bir durum olmadığını ve bu durumun stabilize edici yttrium iyonlarının düzensiz dağılımından kaynaklandığını belirtmiştir. Daha önce de belirtildiği gibi pre-sinterize bloklardan freze edilen restorasyonlar; sonraki aşamada sinterize edilmektedir. Bu uygulama, stres üreten t-m dönüşümünü engellemekte ve pürüzlendirme gereçleri ya da kumlama uygulanmaması koşulu ile bitim yüzeyinin monoklinik fazdan neredeyse tamamen arınmış olmasını sağlamaktadır. Dental uygulamalar için 3Y-TZP blokları üreten firmaların çoğu, dönüşüm kaynaklı kompresif streslere bağlı olarak dayanımda büyük bir artış sağlamalarına karşın t-m dönüşümünden ve yüzey çatlaklarından kaçınmak amacıyla pürüzlendirme ve kumlamayı önermemektedir. Diğer taraftan tam sinterize 3Y-TZP bloklardan üretilen restorasyonların önemli düzeyde monoklinik zirkonya içerdiği gözlenmektedir (74). Bu durum genellikle yüzeyde oluşan mikroçatlaklarla ve *düşük ısı bozunumuna* (low temperature degradation= LTD) yüksek eğilim ile ilişkilendirilmektedir (94). Liu ve ark, 3Y-TZP'nin yorulma davranışları üzerine çalışmışlar; tüm olgularında kırık başlangıcı olarak önceden var olan, ilerleyen çatlaklar belirlemişler ve bu çatlakları yorgunluk hasarının baskın mekanizması olarak belirtmişlerdir (118).

Pek çok araştırmacı, 900°C'de 1 saat ya da 900-1000°C'lik sıcaklık aralığında 1 dakika boyunca kısa süreli ısı uygulamasının m-t dönüşümünü sağlayacağını bildirmişlerdir (108, 176). Bu olgu; yüzeydeki kompresif streslerin rahatlaması ve dayanımın azalmasıyla desteklenmektedir. Dental restorasyonların üretimi sırasında üst yapı (*veneer*) seramiğinin fırınlanması yukarıda belirtilen sonuçlarla birlikte çift yönlü dönüşümü desteklemektedir.

Ancak; dönüşümün çift yönlü olması, daha önce söz edilen çatlakların iyileştirilmesi-dönüşüm sertleşmesi mekanizması gibi düşünülmemelidir (44).

Y-TZP'nin ilginç bir özelliği de yüzeyinde kompresif tabakaların oluşmasıdır. Yüzeydeki tetragonal grenler matriks tarafından tutulmamakta ve bu nedenle spontane olarak monoklinik grenlere dönüşerek materyalin mekanik özelliklerini ve aşınma dayanımını arttırabilmektedir (189).

Yapılan in-vitro çalışmalarda Y-TZP nin esneme direnci 900-1200 MPa, kırılma dayanımı ise 7-10 MPa m⁻¹ olarak bulunmuştur. Bu değerler neredeyse alümina esaslı seramiklerin 2 katı ve lityum disilikat esaslı seramiklerin 3 katıdır (45, 150). Kırılma ve esneme direnci bakımından feldspatik seramiğe göre yaklaşık 6 kat alüminadan ise yaklaşık iki kat daha güçlüdür (150, 156).

Y-TZP; yüksek kırılma dayanımı, sertlik, aşınma direnci, sürtünmesel ve manyetik olmayan özelliklerinin yüksekliği, elektriksel yalıtım, düşük termal geçirgenlik, asit ve alkalilere karşı korozyona yüksek direncinin olması, çeliğe benzer elastiklik modulünün bulunması ve demire benzer termal genişlemeye sahip olması gibi üstün temel özellikler göstermekte ve bu özellikleri ile de biyomedikal mühendislik için ilgi çekici bir materyal olarak karşımıza çıkmaktadır (189).

1.1.1.2. Zirkonya ile Sertleştirilmiş Alumina (ZTA)

Zirkonyanın gerilim destekli dönüşüm yeteneğinden avantaj olarak yararlanabilmek için diğer bir yaklaşım da; zirkonyanın bir alümina matriksi ile kombine edilmesi ve zirkonya ile serleştirilmiş alümina (ZTA) elde edilmesidir (111, 112). Bu materyal son dönemde potansiyel bir biyoseramik olarak ilgi görmektedir (48, 49). Jenerik bir ürün olan In-Ceram Zirkonya (Vident™, Brea, CA, ABD), In-Ceram Alümina'ya %12 mol Serya ile stabilize zirkonyanın (%12 Ce-TZP) (hacimsel olarak %33 oranında) eklenmesiyle üretilmektedir. In Ceram Zirkonya; *slip-casting* (alçı model üzerine sıvı seramik akıtma ile

döküm) yöntemiyle presinterize bloklardan freze edilerek de üretilebilmektedir (44). Başlangıç sinterizasyonu, bu poröz seramiğe cam infiltre edilmeden önce 1100°C'de 2 saat sürmektedir. Cam faz, son ürünün hemen hemen %23'ünü oluşturmaktadır. *Slip-cast* tekniğinin avantajlarından biri de çok sınırlı bir büzülmenin meydana gelmesidir. Fakat porözite miktarı sinterize 3Y-TZP'den daha fazladır ve bu porözite tüm yapının %8 ile %11'ini içermektedir (43). In Ceram Zirkonya'nın 3Y-TZP ile karşılaştırıldığında genellikle daha düşük mekanik özelliklere sahip olduğu belirtilmektedir (74). Ce-TZP seramiklerin Y-TZP ile aynı termal siklus ve yaşlandırma koşulları altında genellikle daha iyi termal stabilite ve LTD'ye daha fazla direnç gösterdikleri de dikkate alınmalıdır (184, 185).

Biyomedikal uygulamalar için yakın zamanda üretilmiş olan ZTA seramikler, zirkonya grenlerinin alümina matriks içine homojen bir şekilde dağılması ile mükemmel mekanik özelliklere sahiptirler (48, 59, 180). Bu durum dönüşüme uğrayan partikülün çevresindeki alumina matriks içindeki hacim artışının mikro çatlaklar oluşturmaya bağlıdır. Sertlik; mikro çatlaklar ile artmaktadır (91, 153).

1.1.1.3. Magnezya ile Kısmi Stabilize Zirkonya (Mg-PSZ)

Bu materyalin biyomedikal uygulamalarda kullanımının uygun olduğunu belirten çok sayıda araştırma bulunmasına karşın poröz yapısı ve büyük gren boyutuna (30-40 µm) bağlı olan aşınma sorunu nedeniyle kullanımı tercih edilmemektedir (73, 150). Mikro yapı, kübik stabilize zirkonya matriks içine tetragonal çökeltmenin gerçekleşmesi ile oluşmaktadır. Ticari olarak bulunan materyallerin içeriklerindeki MgO oranı genellikle %8 ile %10 mol aralığındadır (73). Yüksek sinterleme ısısına (1680 °C ile 1800°C arasında) karşın soğutma döngüsü özellikle 1100°C'de kontrol edilmelidir (44). Dönüşebilen tetragonal fazın çökeltmesi; başka bir deyişle, materyalin kırılma sertliğini kontrol eden kritik bir faktör olan hacimsel oran; bu aşamada izlenmektedir (91, 84, 92). Sertliği oldukça yüksektir ve sıcaklığın arttığı şartlarda bile bu özelliğini koruyabilmektedir (164, 196). Mg-PSZ'nin SiO₂'den bağımsız elde edilmesinin güçlüğünden dolayı, magnezyum silikatlar daha az

magnezyum içermekte ve bu durum t-m dönüşümüne neden olmaktadır (115). Bu dönüşüm daha düşük mekanik özelliklere sahip ve daha az kararlı bir materyal oluşumu ile sonuçlanabilmektedir. Denzir-M® (Dentronic, AB, Skellefteå, Sweden) dental restorasyonlar için kullanılabilen tam sinterize Mg-PZS seramiklere bir örnektir (177).

1.1.2. Faz Yapıları ve Dönüşüm Sertleşmesi

Monoklinik form; 1170°C'nin üstünde %5'lik hacim azalması ile birlikte daha yoğun bir faz olan tetragonal faza dönüşmektedir (34). Tetragonal faz; 2370°C'nin üstünde kübik kristal forma dönüşür. Soğuma sırasında 1070°C'nin yaklaşık 100 °C altındaki ısıda %3-4'lük bir hacim değişimi ile ilişkili olarak t-m dönüşümü başlamaktadır (150).

Monoklinik faz ile karşılaştırıldığında tetragonal fazın daha yüksek stabiliteye sahip olması düşük yüzey enerjisinden ya da rijit matriksin monoklinik forma dönüşümüne karşı tetragonal grenleri tutmasından kaynaklanmaktadır (65).

Komşu grenlerde stres varlığında, örneğin materyalin kütlelerinde bir çatlak oluştuğunda; tetragonal grenler monoklinik faza dönüşebilmektedir (150). Bu dönüşüm tamamen, oluşan kırığın ön kenarlarında ortaya çıkan ve kompresif streslere neden olan grenlerin %3 ile 5'lik hacim artışına bağlıdır. Bu nedenle çatlağın artması için fazlardan enerji gerekmektedir. Bu enerji absorbe eden mekanizma; kırık ucunda görülen *martensitik* (''yayınmasız kayma'' tipi bir dönüşüm) benzeri dönüşümden kaynaklanmaktadır. Seramiğin sertliği, mikroskopik seviyede yutucu bir mekanizma gibi çalışmasından kaynaklanmaktadır (34, 150). Sertlikte artışın nedeni; çatlak oluşumundan kaynaklanan enerjinin, hem t-m dönüşümünde hem de hacim artışından kaynaklanan kompresif streslerin üstesinden gelmede harcanmasıdır. Bu mekanizma *dönüşüm sertleşmesi* olarak da bilinmektedir ve Y-TZP'nin yüksek sertliğinin temeli olarak dikkat çekmektedir (23, 36, 78, 81, 182, 201).

Y-TZP'nin dayanımı; genellikle ısı işlemler sonrasında azalır iken su soğutması altında yapılan pürüzlendirme ve kumlama işlemleri ile stabil tutulabilmektedir. Bu işlemler; harcanan süre önemli olmaksızın tersinir ısı dönüşümüne neden olmakta, materyal yüzeyindeki monoklinik fazı ortadan kaldırmakta, kompresif alanların oluşmasına yardımcı olmakta ve materyalin dayanımını azaltmaktadır (77). Klinik koşullar altında, yüzeyde var olan yüksek orandaki monoklinik faz istenen artmış bükülme dayanımını sağlamaktadır. Yüzeyde monoklinik partiküllerin aşırı miktarda bulunması mikro çatlaklara yol açabilmekte ve zaman içinde su içeren asidik ağız ortamındaki dinamik yükler altında materyalin nem kaynaklı dönüşüme daha hızlı uğraması için hazırlayıcı bir etken olabilmektedir (41, 77).

1.1.3. Düşük Isı Bozunumu (LTD) ve Yaşlanma

Zirkonyanın dönüşüm sertleşmesine uğrama yeteneği pek çok açıdan olumlu sonuçlar doğurmaktadır. Ancak yüksek dayanım ve sertlik açısından alümina ile karşılaştırıldığında kırılabilirliği az olsa da, düşük ısı bozunumuna (LTD) olan eğilimi; zirkonyayı tercih edilmekten alıkoymaktadır. LTD, zirkonyanın doğasının daha az çekici olmasına neden olur; bu olgu, ilk olarak Kobayashi tarafından bildirilmiştir (104). Düşük ısılarda, (150-400°C) zirkonyanın yüzey grenlerinde, nemli ortamlarda yarı kararlı tetragonal fazdan daha kararlı monoklinik faza yavaş bir t-m dönüşümü gerçekleşmektedir (100).

LTD, temel olarak polikristalin zirkonyanın yüzeyinde başlamakta ve sonra materyalin kütlesinin içine ilerlemektedir. Bir grenin dönüşümü grenlerin etrafında stres oluşumu ve mikro çatlaklara neden olan hacim artışını da beraberinde getirmektedir. Su penetrasyonu, önce yüzey bozunumuna, arkasından da dönüşüm olayının artmasına neden olmaktadır. Dönüşüm alanının oluşumu, dayanımın bozunumuna neden olan mikro çatlaklara, gren kaybına ve sonuç olarak yüzeyin pürüzlünmesine yol açmaktadır. Zirkonyanın tetragonal fazdaki stabilitesi için zararlı olabilecek tüm etmenler düşük ısı bozunumunu tetikleme eğilimindedir. Dayanım bozunmasının derecesi TZP seramikler arasında çeşitlilik göstermektedir çünkü yaşlanma davranışları; rezidüel stres oluşumu (50),

yttrium konsantrasyonu ve dağılımı, gren boyutu, çatlak popülasyonu, ortalama yaşlanmaya maruz kalma süreci, seramik restorasyonun yük altındaki davranışı ve üretim süreçleri gibi mikro yapısal değişkenlere ilişkin dengedeki farklılıklara bağlıdır (9, 33, 150).

Faz dönüşümünün, kristal örgüsü boyutundaki artış eşliğinde görüldüğü bildirilmiştir (199). Monoklinik örgüdeki geri dönüşümlü genişleme ve büzülmenin; yüzeydeki H₂O'nun kimyasal emilimi sırasında kristale OH⁻'in giriş ve çıkışı ve Zr-OH ya da Y-OH bağlantısı oluşumundan (9) kaynaklandığı öne sürülmüştür (113). Bu yapısal geçişin, örgüdeki sabit gerilim ve stres yoğunluğu ile ilişkili olan hacim artışı ile sonuçlanan sonlu atomik yer değiştirme ve enerji ivmesine bağlı olarak oluştuğu belirtilmiştir (52). Yüzeydeki ve örgüdeki OH⁻ iyonlarının hareketi nedeniyle gerilimin birikmesi örgüde defektlerin oluşumuna neden olmaktadır (166). Sertlik dönüşümü, gerilim korozyonu tipindeki mekanizmadan dolayı ilk olarak yüzeydeki izole grenlerde başlamakta, komşu grenlerde hacim streslerini arttırmakta ve suyun daha derin bölgelere penetre olmasını sağlayan bir yol açan mikro çatlaklar oluşturmaktadır (51, 90). Çalışmalar, TZP'de aniden gelişen t-m dönüşümünün, çatlak eğilimindeki zirkonyum hidroksit (Zr-OH) oluşumuna bağlı olduğunu göstermektedir (166). Zr-OH bağlarının oluşumu, çatlağın büyümesini hızlandırmakta ve t-m fazı dönüşümünü ilerletmektedir (150, 166). Sonuç olarak; bu korozyon çatlağı mekanizması, ayrışmaya ve kütlenin katman katman soyulmasına yol açarak var olan yapıdan ve süreçten uzun dönemde olumlu beklentiyi sınırlandırmaktadır (25).

Y-TZP'nin LTD'ye yatkınlığına rezidüel streslerin etkisi, detaylı olarak Deville ve ark. tarafından incelenmiştir (50). LTD'nin tetiklenmesinde rezidüel streslerin oluşumunun; bitimdeki pürüzlülükten daha etkili olduğu sonucuna varılmıştır. Pürüzsüz polisaj, rezidüel çiziklerin etrafındaki yaşlanmadan sonra öncül dönüşümlere yol açmaktadır. 1200°C'de 2 saat ısı uygulanması; streslerin rahatlamasına ve polisaj yapılan alana göre LTD'ye olan eğilimin azalmasına neden olmaktadır. Grant ve ark. eş basınçlı sıcak presleme (hot isostatic

pres= HIP) yapılmış Y-TZP'nin HIP uygulanmamış Y-TZP'ye göre LTD'ye eğiliminin daha az olduğunu bildirmişlerdir (72).

Y-TZP ; Vücut sıvısı (dental olarak tükürük) ya da buhar sterilizasyonu(150) gibi nedenler ile su ya da nem ile(166) temas ettiğinde; yüzey hasarına neden olan t-m dönüşümü gözlemlenmektedir.

TZP'nin yaşlanmasının ana basamakları Swab tarafından özetlenmiştir (199):

- Yaşlanmanın geliştiği en kritik ısı aralığı 200°C ile 300°C arasındadır.
- Yaşlanmanın etkileri; dayanımda, sertlikte ve yorgunluk dayanımında azalma ve monoklinik faz içeriğinde artmadır.
- T-m dönüşümüne bağlı oluşan mekanik özelliklerdeki bozunum, materyalde mikro ve makro çatlaklara yol açmaktadır (166).
- T-m dönüşümü yüzeyde başlamakta ve materyalin merkezine doğru ilerlemektedir.
- Gren boyutundaki azalma ya da stabilizör konsantrasyonundaki artış dönüşüm oranını düşürmektedir.
- T-m dönüşümü su ya da buhar içinde artmaktadır.

Y-TZP nin ağız ortamındaki fizyolojik kalitesi, seramiğin üretiminde belirli aşamaları etkileyerek ve üretim sürecini değiştirerek kontrol edilebilmektedir (9, 150).

1.1.4. Radyoaktivite

Zirkonya tozu; az miktarlarda uranyum-radyum (^{226}Ra) ve toryum (^{232}Th) aktinit serilerinden radyonüklitler içermektedir (23, 24, 63). Saflaştırma işlemlerinden sonra zirkonya tozlarında düşük radyoaktivite ($<100 \text{ Ghy}^{-1}$) elde edilebilmesine karşın bu saf olmama durumu nedeni ile 1990'ların başında zirkonyanın medikal ve dental uygulamaları ile ilgili farklı kaygılar ortaya çıkmıştır. Bu değerlerin; insan vücudunun dışarıdan maruz kalabileceği ya da organların ve dokuların lokal olarak içerden maruz kalabileceği Avrupa radyasyon sınırlarının altında kaldığı da belirtilmiştir (189) . Ayrıca alumina seramikler ve

Co-Cr alaşımlar ile karşılaştırıldığında daha düşüktür (189). Safılaştırmadan sonra zirkonya tozundaki uranyum konsantrasyonu 0,001 ile 0,007 Bq/g arasındadır (ISO 6872'ye göre en fazla 1,0 Bq/g). Genellikle doğal radyasyonla alınan kabul edilebilir normal değerlerin altında bulunmaktadır (189). Uluslararası Standartlar Organizasyonu (ISO 13356) ve Amerika Test ve Materyal Standartları Topluluğu (F1873) da cerrahi kullanımı olan zirkonya tozu kümesi aktivitesinin 200Bq/kg'nin altında olmasını önermektedirler (189).

Sonuç olarak Y-TZP seramiklerin radyoaktivitesinin, uygun standartlar izlenerek etkili bir şekilde saflaştırılabildiğinden bu yana biyomedikal uygulamalar için uygun olduğu düşünülmektedir (189).

1.1.5. Biyouyumluluk

Yapılan in vitro ve in vivo çalışmalar ile yüksek saflıktaki Y-TZP'nin özellikle radyoaktif içerikten tamamen arındırıldığında yüksek biyouyumluluğa sahip olduğu doğrulanmıştır (189). Zirkonya seramikler kimyasal olarak inert kabul edilen malzemelerdir ve günümüze değin lokal ya da sistemik hiç bir yan etkileri bildirilmemiştir (167). İn vitro testler aluminaya benzer bir sitotoksositeye sahip olduğunu ve hem zirkonya hem de alumina'nın sitotoksitelerinin TiO_2 'den düşük olduğunu göstermiştir. Sitotoksik, fibroblast ya da kan hücreleri üzerine onkojenik ya da mutajenik hiç bir etki belirtilmemiş ve 0,5 ppm UO_2 eklenmiş Y-TZP seramiğin neden olduğu hiç bir stokastik etki ya da kromozomal bir anomali gözlenmemiştir (167). Alumina ile karşılaştırıldığında Y-TZP'nin klinik yönü, doku reaksiyonu oluşturma açısından hiç bir farklılık göstermemiştir (34, 65, 95, 193).

1.1.6. Optik Özellikler

Yttria stabilize zirkonyanın (Y-TZP) görülebilen ve kızıl ötesi spektrumda izlenebilen yüksek opasitesi nedeniyle optik uygulamalar için uygun olduğu kanıtlanmıştır (18). Zirkonya görünür ışık ve yüksek refraktif indekste (2.2) tamamen opak olması nedeni ile iyi bir beyaz pigment ve iyi bir opaklaştırıcıdır. Zirkonyum oksitin en üst düzeydeki opak etkisi,

matriksindeki boyut olarak hafifçe daha büyük olan partiküllerin dağılmasıyla oluşan ışık dalgası ve farklı kırınım etkisine bağlıdır. Zirkonya seramiklerin yüksek opasitesi, renklenmiş dayanak dişin ya da metal post ve korların maskelenmesi gibi klinik durumlara bağlı olarak estetik yönden avantajlı olabilmektedir (87). Hefferman ve ark., göreceli translüensisine ilişkin olarak zirkonya seramik gruplarını çeşitli seramik materyaller ile karşılaştırmışlar ve metaller ile kıyaslanabilecek bir translüensiye sahip olduklarını göstermişlerdir (87, 88). Gren boyutu, farklı gren boyutlarının dağılımları, presleme yöntemi ve koşulları ve farklı eklentiler; restorasyonun translüensitesini etkilemektedir. Yttrium stabilize zirkonyanın (LAVA, 3M ESPE, St. Paul, MN, ABD) ışık geçirgenliği, 400 ile 700 nm dalga boyu aralığındaki direkt geçirgenlik katsayısı spektrometre analizi ile incelenmiş ve yoğun ölçüde sinterize Al_2O_3 ve $MgAl_2O_4$ infiltre seramiklerden ve lityum disilikat seramiklerden daha düşük ancak Al_2O_3 ya da Al_2O_3/ZrO_2 infiltre materyallerden daha yüksek olduğu belirtilmiştir (54).

Zirkonya alt yapıların beyaz yansımaları engelleyerek daha iyi bir estetik görünüm sağlamak amacıyla farklı renklendirme materyalleri tanıtılmıştır. Zirkonya restorasyonlar, frezeleme işleminden sonra seryum, bizmut, demir ya da bunların kombinasyonları gibi çeşitli metal tuzları içeren çözeltilerin emdirilmesiyle renklendirilebilmektedir (178). Renk, son sinterizasyon aşamasında ortaya çıkmaktadır. Çözeltinin yoğunluğu ve son sinterizasyon derecesi de son elde edilecek rengi büyük oranda etkilemektedir. Üretici firmaların önerilerine uyulması da oldukça önemlidir. Çeşitli katkı maddeleriyle renklendirmenin, son ürünün kristalin fazını ya da mekanik özelliklerini etkilemediği de görülmüştür (22). Zirkonyanın renklendirmesinin bir başka yöntemi de, çeşitli metal oksitlerin başlangıçtaki toza az miktarlarda eklenmesidir (22).

Monokromatik zirkonya alt yapıların bireysel olarak renklendirilmesi; üst yapı tabakalama teknikleri ve çok renk tabakalı hazır blok sistemleri ile birlikte estetik sonuçlar vermektedir ancak renk stabilitesi ile ilgili uzun süreli klinik veriler sınırlıdır (90, 159).

Zirkonya seramiklerin yüksek opasiteleri metal alaşımlara benzer olup marjinal uyum ile ilgili veri sağlayarak, siman artıklarının uzaklaştırılıp çürüklerin saptanmasına da olanak vermektedir (189).

1.2. ZİRKONYA BLOKLARIN ÜRETİMİ

Toz formuna getirilen zirkonya ham maddesinden soğuk isostatik presleme (cold isostatic pressing= CIP) yolu ile stabil, kararlı ve yüksek saflıkla presinterize bloklar üretilmektedir (56).

Başlangıç tozu olarak yüksek saflıkta ZrO_2 kullanımı, t-fazının ön koşulu olan termal stabiliteye katkıda bulunmaktadır (150). Araştırmacılar farklı yüzey hazırlık işlemlerinin zirkonya materyallerin dayanımları üzerine etkilerine odaklanmışlardır. Bükülme dayanımı ile yüzey pürüzlendirme işlemlerinden kaynaklanan yüzeydeki ve derinlerdeki hasarın şiddeti arasında güçlü bir ilişki bulunmuştur (119, 205). Günümüzde zirkonya, CAD/CAM freze süreci ve diğer laboratuvar işlemlerinden kaynaklanan farklı tiplerde hasarlara maruz kalmaktadır.

Bunların sonucunda, uygulanan restorasyonun mekanik özellikleri ve uzun dönem stabilitesi başlangıç materyalinden çok farklı olabilmektedir (189).

1.2.1. Zirkonyum Oksit Alt Yapı Üretim Yöntemleri

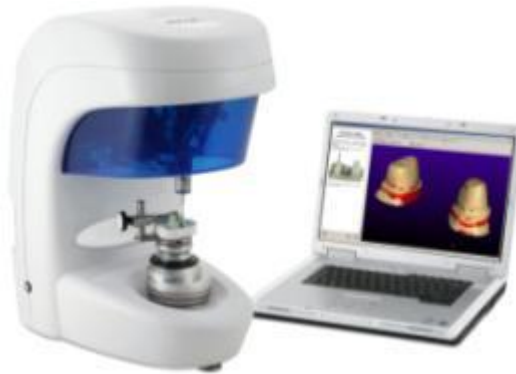
Zirkonyadan restorasyon üretiminin güdük (day) üzerinde direkt olarak yapılamaması ve hazır bloklardan freze edilmeleri ile mümkün olması nedeni ile kopya-freze ve CAD/CAM teknolojisinin gelişimi, zirkonya alt yapı seramiklerin kullanımının yaygınlaşmasını büyük oranda etkilemiştir. Hazır bloklar homojen bir yapı sergilediklerinden mekanik özellikleri daha üstündür ve bu durum da tercih edilmelerine neden olmaktadır. (98, 127, 168).

Kopya-Freze Tekniđi: Bu sistemde hazırlanan modelaj okuyucu uç tarafından okunmakta ve zirkonya bloktan mekanik bir freze sistemi yardımı ile alt yapı elde edilmektedir (Resim 1) (98).



Resim 1: Kopya- freze sistemi

Bilgisayar Destekli Tasarım (CAD): Bu sistemde bilgisayar programı kullanılarak alt yapının tasarımı yapılmakta ve sonrasında mekanik freze sistemi kullanılarak alt yapı üretilmektedir (Resim 2) (98).



Resim 2: CAD ve mekanik freze sistemi

Bilgisayar Destekli Tasarım ve Üretim (CAD/CAM): Bu sistemde alt yapı tasarımı bilgisayar programı ile yapılmaktadır. Daha sonra yine bilgisayar programı ile yönlendirilen freze sistemi ile zirkonya bloktan alt yapı üretilmektedir (Resim 3) (98).



Resim 3: CAD/CAM sistemi

1.2.1.1. Pre-Sinterize Blokların Freze Edilmesi

Pre-sinterize 3Y-TZP blokların freze işlemi uygulanması ile üretimlerine 2001 yılında başlanmış olup giderek artan sayıda üretici tarafından önerilmektedir. Temel anlamda, güdük ya da mum kayıt taranmakta, olması gerekenden daha büyük bir restorasyon (~25%) bilgisayar yazılımı (CAD) tarafından tasarlanmakta ve pre-sinterize blok bilgisayar destekli bir makina tarafından (CAM) freze edilmektedir. Restorasyon daha sonra yüksek sıcaklıkta sinterize edilmektedir. Bu süreç, taramanın nasıl yapıldığına ve 3Y-TZP 'nin sinterizasyon büzülmesinin (~25%) ne ölçüde olduğuna göre çok fazla çeşitlilik göstermektedir. (44).

Blokların üretiminde kullanılan 3Y-TZP tozu, presleme işlemine daha uygun olması amacı ile bağlayıcı madde içermektedir. Bağlayıcı madde pre-sinterize etme aşamasında elimine edilmektedir. Bu toz genellikle, hacimce %2 oranında bulunan ve ZrO_2 'den ayrılması zor olan HfO_2 içermektedir. Bu tozun kimyasal yapısında sadece ufak farklılıklar vardır. Bu toz, spreyle kurutulmuş ve çapı yaklaşık 60 μm olan yığınlar ile çapı yaklaşık 40 μm olan daha küçük kristaller içermektedir. Bloklar soğuk izostatik presleme ile

üretilmektedir. Sıkıştırılmış toz içindeki boşluklar 20-30 μ m boyutlarında çok küçük ve az yer kaplayan boşluklardır (44).

Pre-sinterizasyon derecesi blokların sertliği ve freze edilebilirliği üzerine etkilidir. Bu iki özellik, zıt yönlerde etki etmektedir. Yeterli sertlik için blokların işleme tabi tutulması gerekmektedir ancak aynı zamanda sertlik değerinin çok yüksek olması da freze edilebilirliğine zarar verebilmektedir (44). Pre-sinterizasyon için uygulanan ısının derecesi freze edilen blokların pürüzlülüğünü de etkilemektedir. Yüksek pre-sinterizasyon derecesi daha pürüzlü yüzeylerin oluşumuna yol açmaktadır. Uygun pre-sinterizasyon derecesine karar vermek önemlidir (61). Son sinterizasyon sırasında meydana gelen büzülmenin uygun olarak kompanse edilebilmesi için her bloğun yoğunluğu dikkatlice ölçülmelidir (61, 62). Frezelemenin iki aşamalı olması daha başarılı sonuç vermektedir. İlk kaba freze, düşük hızda yapılır iken son frezeleme işlemi daha yüksek hız ile yapılmaktadır (61, 62). Freze edilmiş restorasyonların sinterizasyonunun özel olarak programlanmış fırınlarla dikkatlice kontrol edilerek yapılması önerilmektedir. Büzülme 1000°C'de başlamakta ve ~%25'lere varmaktadır. Sinterizasyon koşulları ürüne özeldir. Teorik olarak, yoğunluğun %99'undan fazlasına ulaşabilmek için son sinterleme derecesi 1350 ile 1550°C, fırında kalma süresi 2 ile 5 saat arasında değişmektedir. Sinterleme koşullarındaki bu çeşitlilik 3Y-TZP'nin temel kimyasal yapısından kaynaklanmaktadır. Örneğin az miktarda alümina eklenmesi, sinterizasyona yardımcı olmakta ve daha düşük sinterleme derecesine ve süresine izin vermektedir (44). Sinterizasyondan önce alt yapılar, deformasyonu önlemek amacı ile sinterleme boncuklarının üzerine yerleştirilirler. Alt yapıların minimum kalınlığının 0,5 mm olması gerekmektedir ve bu kalınlığın altında deformasyon görülebilmektedir. Restorasyonlar rezidüel streslerin en aza indirilmesi için 200°C'ye kadar fırında soğutulmaktadırlar (44). Chevalier ve ark, sinterleme derecesi 1500°C'ye ve sinterleme süresi 5 saate ulaştığında 3Y-TZP'deki kübik faz miktarının arttığını göstermişlerdir. Büyük kübik grenlerin oluşumu seramiğin LTD'ye olan direncine zarar vermektedir (32). Sinterizasyon aşamalarının dikkatle kontrol edilmesi bu nedenlerle oldukça önemlidir.

Alt yapılar, termal genleşmeleri uyumlu üst yapı seramikleri ile kaplanırlar. 3Y-TZP ile üst yapı seramiğinin birleşme yüzeyi üzerine yapılan çalışmalar yetersizdir. Üst yapı seramiği yaklaşık 900°C'de 1 dakika bekletme süresi ile fırınlanmaktadır. Difüzyon süreci zamana bağlı olsa da iki seramik malzeme arasında kimyasal reaksiyon görülebilmektedir. Pre-sinterize 3Y-TZP blokların freze edilmesine uygun blok üreten sistemlere örnek olarak Cercon (Dentsply, Konstanz, Almanya), Lava™ (3M ESPE, St. Paul, MN, ABD), Procera zirkonya (Nobel Biocare™, Göteborg, İsveç), Cerec InLab için YZ küpler (Vident™, Brea, California, ABD) ve IPS e.max ZirCAD (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) verilebilir (44).

1.2.1.2. 3Y-TZP ve Mg-PZS Tam Sinterize Blokların Freze Edilmesi

Tam sinterize Y-TZP bloklar, teorik yoğunluğun en az % 95'ine ulaşabilmelerini sağlamak için pre-sinterize blokların 1500°C'nin altındaki ısılarda sinterize edilmesiyle üretilmektedirler. Bundan sonra bloklar, 1400°C ile 1500°C arasındaki ısıda yoğunlaştırılmış gaz atmosfer içinde yüksek basınç uygulanarak eş basınçlı sıcak presleme (HIP) sürecinden geçirilmektedirler. Bu uygulama; teorik olarak yoğunluğun %99'unun üzerine çıkmasını sağlamaktadır (44).

Bloklar daha sonra özel olarak tasarlanmış bir kazıma sistemi kullanılarak freze edilebilmektedir. Tam sinterize Y-TZP blokların yüksek sertliği ve zor freze edilebilirliği nedeniyle freze sistemi çok dayanıklı olmalıdır. Huang, Y-TZP'de freze hasarı tipinin pürüzlendirme hızına etkisi üzerine çalışmış ve hem kırılma hem de esnek kazıma modlarının yüksek hızda daha az hasar verdiğini belirtmiştir (55, 93). Daha önce de belirtildiği gibi tüm yüzey işlemleri, Y-TZP yüzeyinde belli derecelerde t-m dönüşümü oluşmasına neden olmaktadır (107).

Sonuç olarak pre-sinterize bloğun freze edilmesi işlemi, daha uygun bir bitim yüzeyi hazırlayarak freze edilmiş restorasyonun sinterizasyon sonrasında zarar görmemiş olarak

kalmamasını sağlamaktadır. Tam sinterize Y-TZP blokların ise freze edilmesi sonrası yüzey özelliklerinin olduğu gibi kalıp kalmadığı ile ilgili soru işaretleri bulunmaktadır (44).

1.3. Y-TZP ALT YAPILI RESTORASYONLARDA SİMANTASYON ÖNCESİ YÜZEY HAZIRLIK İŞLEMLERİ

ZrO₂'in dış yapısına ya da diğer substratlara bağlanması güçlü bir rezin bağlantısını gerektirmektedir. Resin bağlantısının başarısı yüzey pürüzlülüğünden kaynaklanan mikro mekanik kilitlenme sonucu *mekanik* bağlanmaya ve seramik ile siman arasındaki *kimyasal* bağlanmaya bağlıdır (183).

1.3.1. Mekanik Bağlanma

1.3.1.1. Asit ile Pürüzlendirme

Silika bazlı seramiklerde asit ile pürüzlendirme işlemi, adeziv simantasyonun başarısını arttırmaktadır. Asit uygulaması, cam matriksin pürüzlendirilmesini sağlayarak rezin siman ile seramik arasındaki mikromekanik bağlantıyı güçlendirmektedir (6).

Polikristalin seramiklerden olan zirkonya hacimce %15'ten daha az silika ve küçük bir miktar cam faz içermekte ya da hiç cam faz içermemektedir (143). Matriksini zirkonyum oksit oluşturmaktadır ve doldurucuları ise tanecikler yerine 'dopant' adı verilen modifiye atomlardır (143). Zirkonya sinterizasyon işlemi sonrası çok yoğun ve homojen bir yapı haline gelmektedir (143). Bu nedenle geleneksel adeziv uygulamalar inert ve non-polar olduğundan zirkonyada başarılı olamamaktadır. H₃PO₄ ve HF gibi asitler, basit mikromekanik bağlanma için yeterli yüzey pürüzlülüğünü sağlayamamaktadır.(183).

1.3.1.2. Aşındırma

Yüzey aşındırması, mekanik bağlantının artırılması için ZrO₂ yüzeyinin pürüzlendirilmesine alternatiftir. Yüzey aşındırması için zımpara kağıdı ya da diski (SiC ya da Al₂O₃) kullanarak aşındırma, 50 µm'den 250 µm'ye kadar farklı tanecik boyutlarına sahip

Al₂O₃ ya da diğerk aşındırıcı partikülleri ile kumlama (45, 191, 192), elmas frez ile (45) aşındırma gibi pek çok yöntem bulunmaktadır. Bu yüzey aşındırma yöntemlerinin avantajı, hasta başında kolaylıkla uygulanabilmeleridir. Araştırmalar geleneksel rezin simanlar kullanıldığında yüzey aşındırma tekniklerinin, zirkonyanın rezin simanlara olan bağ dayanımını anlamlı oranda arttırmadığını göstermiştir (11, 15, 45, 102, 191, 192).

Kumlama seramik yüzeyindeki artıkları uzaklaştırıp pürüzlü bir yüzey oluşturduğu için mikromekanik bağlanmaya katkıda bulunmaktadır. Yapılan çalışmalarda kumlama uygulaması için 50 µm Al₂O₃ kumunun 3 bar basıncın altında kullanılması önerilmektedir (194). Kumlanmış yüzeylerin mikroskopisi eşit oranda hasar görmüş ve geri dönüşümsüz olarak yer değiştirmiş pürüzlü yüzeyler ve rastgele dağılmış çatlaklar göstermiştir (189). Ayrıca yüzeydeki monoklinik fazda artış meydana getirdiği belirtilmektedir (189). Aşırı miktardaki M-fazı mikro çatlaklara yol açabilmekte ve asidik ve su içeren ağız ortamındaki dinamik yükler altında zaman içinde materyalin daha hızlı nem kaynaklı dönüşüme uğraması için hazırlayıcı faktör olabilmektedir (189).

Kosmac ve ark.'ı t-m dönüşümünü tetiklemede kumlamanın pürüzlendirmeden daha etkili olduğunu; aynı zamanda dayanımı arttırmada da daha etkili olduğunu göstermişlerdir (107).

1.3.1.3. Döner Aletler ile Pürüzlendirme

Yapılan çalışmalarda, pürüzlendirme amacıyla büyük grenli elmas frezler de kullanılmış; (12, 45, 108) pürüzlü yüzeylerin elde edildiği ve seramik rezin bağlantısında artış sağlandığı da belirtilmiştir (45).

Su soğutması altında manuel olarak daha az stresle yapılan pürüzlendirme t-m dönüşümünü tetikleyebilmekte, kritik çatlak boyutunu düşürebilmekte ve yüzeydeki kompresif tabakayı arttırabilmektedir (9, 107, 108). Kaba pürüzlendirme aletleriyle

pürüzlendirmek stres yoğunlaştırıcı gibi davranan derin yüzey çatlaklarının ortaya çıkmasına ve zirkonya restorasyonun dayanımının azalmasına neden olabilmektedir (9, 108, 119).

1.3.1.4. Lazer ile Pürüzlendirme

Günümüzde yüzey pürüzlülüğü sağlamak amacı ile lazer kullanımı ile ilgili pek çok çalışma yapılmaktadır. Lazerin ısı oluşturarak yüzey tabakasını eritmesi sonucu düzenli olmayan pürüzlülüğe sahip alanlar oluşmaktadır. Bu amaçla yapılan çalışmalarda genellikle Er:YAG, Nd:YAG ve CO₂ lazer farklı dalga boylarında kullanılmaktadır. Kullanılması gereken enerji yoğunluğunun belirlenmesinde seramikteki gözenek miktarı da etkili olmaktadır (56).

1.3.2. Kimyasal Bağlanma

1.3.2.1. Silika Kaplama

ZrO₂'in içindeki silikanın hacimce %15'ten az olması nedeni ile silanizasyon ile sağlanan kimyasal bağlanmayı elde edebilmek amacıyla silika kaplama teknikleri bulunmuştur. Tribokimyasal silika kaplama yöntemi, metal alaşımları ve alümina-zirkonya bazlı dental seramiklerin yüzeylerini silika kaplamak için yaygın olarak kullanılmaktadır. Cojet ve Rocatec sistemleri (3M ESPE, Seefeld, Almanya) bu amaç için sıklıkla kullanılan sistemlerdir (3, 11, 17, 57, 101, 102, 109, 141, 142, 151, 175, 195). Tribokimyasal teknik, seramik yüzeyini silika ile kaplanmış alümina partikülleri ile kumlayıp yüzeye silika gömerek kaplamaktadır (86, 146). Bu uygulama sadece yüzeyin silanizasyon için hazırlanmasını değil aynı zamanda mikromekanik retansiyonun oluşmasını da sağlamaktadır. Tribokimyasal kaplama uygularken oluşan hava basıncının da bağ dayanımını etkilediği gösterilmiştir. Heikkinen ve ark (93) tribokimyasal kaplama uygulanırken hava basıncını arttırmanın ZrO₂'in rezin simana bağ dayanımını anlamlı oranda arttırdığını belirlemişlerdir (182). Basıncı arttırmanın ayrıca ZrO₂ yüzeyindeki silika miktarını da arttırdığı belirlenmiştir. Partiküllerin kinetik enerjisini yükselten hava basıncını arttırmanın, yüzey pürüzlülüğünü ve yüzeye temas eden partikül sayısını arttırdığı düşünülmektedir. Bu

yöntemle oluşan tabakanın uniform kalınlıkta olmaması riski vardır ve bu durum restorasyonun uyumunu bozabilmektedir. Bu nedenle uygulaması zor olan, hassas bir tekniktir (38).

Silika kaplama yöntemlerinden bir diğeri olan Silicoater MD (Kulzer, Irvine, CA, ABD) uygulaması, yüzeyin alüminyum oksit ile kumlanmasıyla yüzeyde oluşan krom oksit içeren silika tabakasının fırında pişirilmesine dayanmaktadır (173). Yüzeydeki krom iyonları daha sağlam bir bağlantı sağlamaktadır.

Rocatec (3M ESPE, Seefeld, Almanya) yönteminde, çift aşamalı kumlama ile silika tabakası elde edilmektedir. Öncelikle 110 µm Al₂O₃ kumu ile kumlanan yüzey bu aşama ile artıklardan temizlendikten sonra silika partikülü içeren 30 ya da 110 µm Al₂O₃ kumu ile kumlanmakta ve yüzeyde triboplazma tabakası oluşturulmaktadır (58, 134). Düzensiz şekle sahip Al₂O₃ kumu arasında dağılmış olan düzgün şekilli silika tanecikleri yüzeye büyük bir enerji ile çarpıp yüzeyde yüksek bir ısı enerjisi oluşturmaktadır. Bu yüksek ısı ve enerji ile yüzeyde 15 µm'ye kadar girintiler oluşturan silika eriyerek yüzeye penetre olmaktadır. Fakat zirkonyada bir ısı artışı görülmemektedir (53).

Silika kaplamanın diğeri bir yöntemi ise, zirkonyanın üzerine siloksan kaplama çökeltten bir plazma sprey tekniğinin kullanılmasıdır (46). Derand ve ark., ZrO₂ yüzeyine hekzametildisiloksan (HMDS) çökeltten yüksek frekanslı bir jeneratör kullanmışlardır. HMDS polimerize edildiğinde silan gibi davranmakta; ZrO₂ ve rezin siman arasında siloksan bağı oluşmaktadır. Plazmanın uygulanması işlem yapılmamış ya da silanlanmış ZrO₂'e göre anlamlı oranda bağ dayanımını arttırmaktadır. Mekanik retansiyonu arttırmak için kullanılan kumlama ya da yüzey aşındırma uygulamaları, plazma kaplanmış ZrO₂'in bağ dayanımını arttırabilmektedir (183).

Son zamanlarda, ZrO₂ seramiklerin yüzeyine silika tabakası uygulamak için bir başka yöntem önerilmektedir. Piascik ve ark. (149), ZrO₂ substratın üzerinde Si_xO_y fonksiyonelize yüzeyin oluşması için kloro-silan gazının (SiCl₄) su buharı ile kombine edilmesi ile elde

edilen özel bir buhar fazın çökeldiği bir tekniğin uygulanmasını araştırmışlardır. Bu yöntemde çok ince ve eşit dağılımlı konvansiyonel buhar çökeltisi yani moleküler buhar çökeltisi (MVD) kullanılmaktadır (183).

1.3.2.2. Selektif İnfiltre Dağlama ile Pürüzlendirme

Selektif infiltre dağlama (Selective Infiltrate Etching= SIE) tekniği ile pürüzsüz zirkonya yüzeyinde ısı ile indükleme sonucunda grenler arası boşluklar oluşturulmakta ve bu boşluklara cam infiltre edilerek boşluklar yeniden doldurulmaktadır (12). Cam tabaka daha sonra HF asit kullanılarak dağlanmaktadır. Bu şekilde, rezin siman ile nano mekanik kilitlemeyi sağlayan üç boyutlu inter-granüler porözite oluşmaktadır. SIE'nin avantajı, dağlanacak alanın kontrol edilmesini sağlayan erimiş cama maruz kalan grenler içermesidir. SIE'nin kullanımı, bağlanma için kullanılabilen alanı arttırdığı için zirkonyanın nano-mekanik retansiyonunu arttırmaktadır (183).

Son dönemlerde ZrO_2 'in yüzey pürüzlülüğünü arttırmak için başka bir deneysel yöntem üzerinde çalışılmaktadır. Bu yöntemde, bilinegelen Maryland köprülerin kanatlarının dağlanması için kullanılan sıcak, kimyasal bir dağlama solüsyonundan yararlanılmaktadır (95). Bu yöntemin ZrO_2 'in rezin simana olan bağ dayanımını arttırmasına yönelik taranabilen literatürde herhangi bir çalışma yayınlanmamış olmasına karşın Casucci ve ark'ın yaptığı çalışmada AFM (Atomic Force Microscopy) sonuçlarına göre, sıcak kimyasal dağlama solüsyonu uygulamasının SIE'den anlamlı oranda daha fazla yüzey pürüzlülüğü oluşturduğu belirtilmiştir (28).

1.3.2.3. Silan Bağlayıcı Ajanlar

Diş hekimliğinde genellikle temel anlamda “silanlar” olarak anılan organo-silanlar, yapısal olarak ortoesterlere benzeyen, çift yönlü reaktivite gösteren, silikon (Si) atomu ya da atomları içeren bileşiklerdir. Silan molekülünün bir ucu organik olarak fonksiyoneldir (örn. vinil $-CH=CH_2$, amino $-NH_2$) ve organik matriks ile (örn. bir metakrilat) polimerize olabilmektedir. Diğer ucu, genellikle seramik gibi silika içeren yüzeyler olan hidrosilat ile

reaksiyona girebilen alkoksi gruplarından (örn. metoksi $-OCH_3$, etoksi $-OCH_2CH_3$) oluşmaktadır. Silanlar, diş hekimliğinde genellikle restoratif uygulamalarda ve rezin bazlı dolgu materyali kullanılan seramik ya da seramik içeren kompozit endodontik post uygulamalarında seramiğin (ya da diğer silika içeren seramikler) yapıştırıcı rezin simana adeziv bağlantısını sağlamak amacıyla kompozitlerin polimer matriksleri içindeki doldurucu cam partikülleri kaplamak için kullanılmaktadırlar. Ayrıca silanların düşük vizkoziteli rezin simanlarla birlikte kullanıldıklarında, mikromekanik retansiyonu arttıran yüzey ıslanabilirliğini de arttırdığı düşünülmektedir (123, 197). Aslında geleneksel silanın kimyasal yapısı, hemen hemen tümüyle non-polar yüzeye sahip olması, kimyasal olarak silika içeren seramiklerden daha kararlı olması ve kolaylıkla hidrolize edilememesi nedeniyle ZrO_2 için etkili değildir (183).

Farklı silan bağlayıcı ajanların, ZrO_2 'e olan bağlanmayı arttırdığı bildirilmiştir (183).

Alternatif olarak saf zirkonyum ve ZrO_2 için zirkonat bağlayıcı ajanların kullanımı önerilmiştir (197, 198). Zirkonya bağlayıcı ajanlar, hidroksil grupları ile ZrO_2 'i bağlayarak silan bağlayıcı ajanlar gibi davranmaktadırlar. Bu bağlayıcı ajanlar rezin simana bağlanmayı arttırmakta ancak termal siklus sonrasında bağ dayanımlarında anlamlı derecede azalma görülmektedir (56).

Organofosfat ve karboksilik asit bazlı, ışıkla polimerize edilebilen bir primerin de (Z-Prime Plus, Bisco Inc, Schaumburg, IL, ABD) zirkonya gibi metal oksitlere bağlanmayı sağlayan fosforik asit grupları ve kompozit rezin sistemlerin monomerleri ile kopolimerize olabildiği bir organofonksiyonel bölüm içerdiği ve bu primerin umut vaat ettiği belirtilmektedir (120).

1.3.3. Deneysel Yöntemler

Son dönemde zirkonyanın bağ dayanımını arttırmak amacı ile deneysel yüzey hazırlık işlemleri uygulanmaktadır.

Zirkonyanın silika içeriğinin az olması cam seramiklerde yüzeyi pürüzlendirmek amacı ile uygulanan asitle dağlama işleminin işlevsiz kalmasına yol açmaktadır (183). Bunun üzerine araştırmacılar zirkonya yüzeyine glazür seramiği uygulayarak hidroflorik asitle dağlanabilen bir tabaka oluşturup silika içeriği sayesinde bu tabakaya silan uygulamayı amaçlamışlardır (39). Cam faz ve silika içeren bir düşük ısı porseleni olan glazür tabakasının zirkonya yüzeyine kimyasal bağlanma, mekanik bağlanma ve kompresif streslerle tutunduğu belirtilmektedir (179). Kimyasal bağlanma mekanizması açık bir şekilde tarif edilmemiştir ve bağlanma alanında element hareketi ve difüzyonu olmadığı için kimyasal bir reaksiyon gerçekleşmediğini belirten çalışmalar da vardır (110). Fakat bazı çalışmalar zirkonya ile seramik arasındaki ısıl genleşme katsayısı farkından kaynaklanan kompresif streslerin bağ dayanımı ile pozitif bir korelasyon gösterdiğini belirtmektedir (69). Bu bağlanmanın güvenilir ve uzun dönem hizmet verebilecek bir bağlanma olduğu düşünülmektedir (39). Bu sayede silika bazlı seramiklerde dağlama ile elde edilen bağ dayanımı artışının zirkonya için de eldesi amaçlanmıştır.

Bu çalışmada zirkonya yüzeyine glazür tabakası yerine arayüz cam seramiği (Crystall/.Connect, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) uygulaması yine aynı amaçla yapılmıştır. Düşük ısı porseleni içerikli bu malzeme, CAD/CAM teknolojisi ile üretilen zirkonya alt yapı ile üst yapı seramiğinin birleştirilmesinde kullanılmak amacıyla üretilmiştir. Bu malzemenin malzemenin zirkonya alt yapı ve lityum disilikat üst yapı seramikleri arasında homojen bir tabaka oluşturduğu belirtilmektedir (133).

Son dönemlerde, nano yapılı alumina (Al_2O_3) ile kaplanan zirkonya seramikler geliştirilmiştir ve rezin siman ile zirkonya arasında güçlü ve durağan bir bağ sağladıkları belirtilmektedir. Bu yüzey aluminyum nitrid (AIN) tozunun 15 dakika boyunca hidrolize edilmesi ile elde edilmektedir. AIN tozu su ile reaksiyona girmektedir. Bu nano yapılı kaplama reaksiyon sonucu oluşan ve birbirine bağlı katmanlar şeklinde bulunan γ -AlOOH (boehmit) içermektedir. Bu tabaka uygulandıktan sonra zirkonya seramiğe 120 dakika

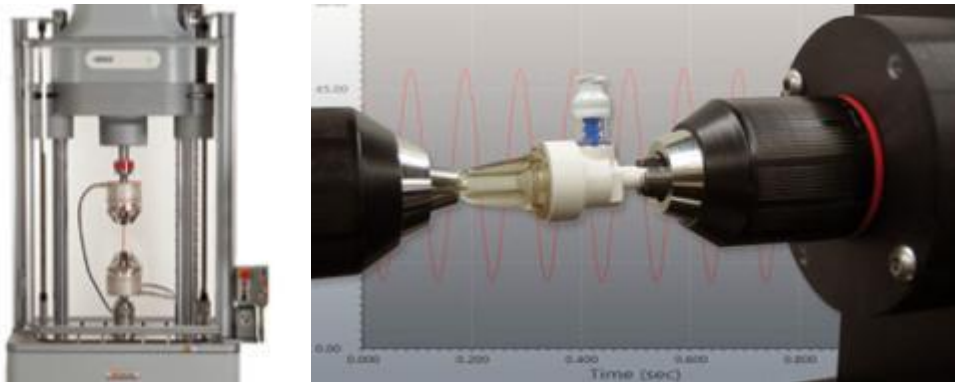
boyunca 900 °C ile 1200 °C arasında ısı uygulanmaktadır. Bu tabaka ile rezinin tutunmasını arttıracak mikro retansiyon alanları oluşturulmaktadır. (203)

1.4. DİŞ HEKİMLİĞİNDE SIK KULLANILAN MEKANİK TEST YÖNTEMLERİ

Diş hekimliğinde kullanılan materyallerin yapısal özellikleri ve farklı materyallere olan bağ dayanımları mekanik testlerle incelenmektedir. Dental malzemeler ile ilgili olarak yapılan çalışmalarda farklı sonuçların görülmesi klinik probleme yönelik çalışma kurgusunun yapılmaması, çalışmaya uygun test yönteminin seçilmemiş olması, test yöntemine ve kullanılacak malzemeye uygun örnek şeklinin oluşturulmaması ve bu hatalardan kaynaklanan çeşitlilik ile birlikte test yöntemindeki değişkenlerin standardize edilemeyişi ve yayınlarda çalışmalardaki uygulamaların detaylı bir şekilde paylaşılmaması ile ilişkilidir (7). Bu değişkenler bağ dayanımı sonuçlarını ve yapılan çalışmaların karşılaştırılabilirliğini etkilemektedir (169).

1.4.1. Burma Testi (Torsion Test)

Bu test yöntemi için örnekler, alt yapının her iki tarafına üst yapı seramiği uygulanarak hazırlanmakta ve bu şekilde üst yapı ve alt yapı seramiği arasındaki bağ dayanımı test edilmektedir (Resim 4). Verilerin toplanması ve değerlendirilmesi zordur (26).

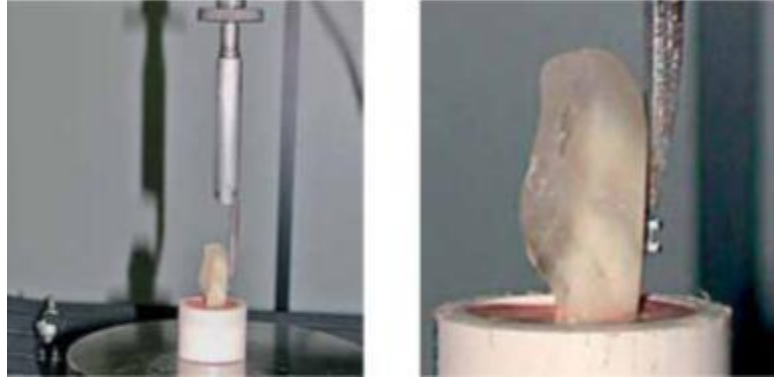


Resim 4: Burma testi düzenekleri

1.4.2. Makaslama Testi (Shear Test)

Materyalin bađ dayanımı test edilirken taşıyıcı parçaya sabitlenmiş olan örnek kuvvet uygulayan bir uç tarafından kırılmakta ve örneđin kırıldığı yük belirlenmektedir. Farklı şekillerde uçlar kullanılsa da bıçak sırtı şeklindeki uçlar önerilmektedir (Resim 5) (83).

Makaslama testlerinde ise malzemenin eğilmesi engellenemediđi için kontrol edilemeyen ve ölçümlenemeyen parazit gerilimler (stresler) oluşmaktadır. Bu durum ölçümlerin saflığının da ortadan kalkmasına neden olmaktadır (152, 169, 187).



Resim 5: Makaslama test düzeneđi

Makaslama testi farklı şekillerde uygulanmaktadır:

- İçinden çekme testi (pull-through test),
- Düzlemsel arayüz makaslama testi (planar interface shear test),
- Oblik makaslama testi (oblique shear test),
- Konik arayüz makaslama testi (conical interface shear test) (83).

1.4.3. Mikro Makaslama Testi

1mm²'den küçük yüzey alanlarının bağ dayanımının ölçülmesinde kullanılmaktadır (Resim 6). Geleneksel makaslama testinde arayüzdeki homojen olmayan gerilim dağılımı, bağlanma alanı boyutu küçüldüğü için azalmaktadır (19, 169).



Resim 6: Mikro makaslama testi düzeneği (163)

1.4.4. Çekme Testi (Tensile Test)

Çekme testinde yapıştırılan örneklere arayüze dik olacak şekilde çift taraflı olarak kuvvet uygulanmakta ve örneklerin birbirinden ayrılması amaçlanmaktadır (Resim 7) (19, 21, 169).



Resim 7: Çekme testi düzeneği

Çekme testlerinde birleştirilen farklı materyallerin elastisite modülleri ve dayanıklılıkları birbirinden farklı olduğu için malzemeler birbirlerini etkilemekte ve saf davranışlarını sergileyememektedirler. Bu durum kontrol edilemediği için ölçümlerin sonuçları saflığını yitirmektedir (71).

1.4.5. Mikro Çekme Testi

Küçük yüzeylerde çekme dayanımının test edilmesine olanak sağlayan bu test yönteminde de çekme testindeki dezavantajlar söz konusudur. Örnek hazırlığı boyutların küçük olması nedeni ile hassas bir işlemdir ve zaman almaktadır. Örnek hazırlığı sırasında bağlanma yüzeyinde oluşabilecek defektler test sonucunun değişmesine ve değerlerin daha düşük çıkmasına neden olabilmektedir (8, 169).

Diş hekimliğinde farklı simanların dental seramiklere, kompozitlere ve diş dokularına olan bağ dayanımlarının ölçümü ve karşılaştırılmasında tercih edilmektedir (Resim 8) (162).Tercih edilmesinin nedeni kırılğan restoratif malzemelerin klinik koşullarda özellikle kritik yüzey çatlakları oluşturabilecek çekme kuvvetlerine karşı basmadan daha dayanıksız olmalarından dolayı çekme dayanımlarının karşılaştırılmasının daha anlamlı görülmesidir (13).



Resim 8: Mikro çekme testi düzeneği (163)

1.4.6. Eğme (Bükme) Testleri (Flexure Tests)

Tekrarlanabilir ve güvenilir sonuçlar veren üç ve dört nokta eğme testleri uygulandığında basma, çekme ve makaslama kuvvetleri birlikte meydana gelmektedir. Eğme testlerinin uygulanması sonucu kopma ve rotasyon görülmektedir (138). Dört nokta eğme testinin sonuçları üç nokta eğme testi sonuçlarına göre % 30-40 daha düşüktür (66).

İyonik ve kovalent bağ yapılarına sahip olan seramik gibi kırılğan materyallerde klinik koşullara benzer şekilde hem basma hem de çekme kuvvetlerinin uygulanmasına olanak tanıyan eğme testlerinin kullanımı eğme mukavemetinin öneminden dolayı kullanılmaktadır (40). Dayanaklar arasına yerleştirilen örneklerde kuvvetin uygulandığı tarafta basma gerilmesi, ters tarafta ise çekme gerilmesi yoğun olarak görülmektedir (40). Ayrıca eğme testlerinde örnek hazırlığı diğer testlere göre daha kolay olduğu için dental seramiklerin, simanların ve polimerlerin test edilmesinde tercih edilmektedirler (96).

Üç nokta eğme testi: Test düzeneğine uygun olarak hazırlanan örneğin ortasına kuvvet uygulayan uç etki etmekte ve meydana gelen eğilme gerilmesi hesaplanmaktadır (Resim 9). Eğilme, örnekteki zayıf bölgede değil kuvvetin uygulandığı bölgede görülmektedir.

Üç nokta eğme dayanımı (σ_3) aşağıdaki formülle hesaplanmaktadır:

$$\sigma_3 = 3.F.L/2.w.h^2$$

F kırık oluşturan kuvveti, L destekleyici uçların merkezleri arasındaki uzaklığı, w örnek genişliğini ve h örnek yüksekliğini sembolize etmektedir (40).



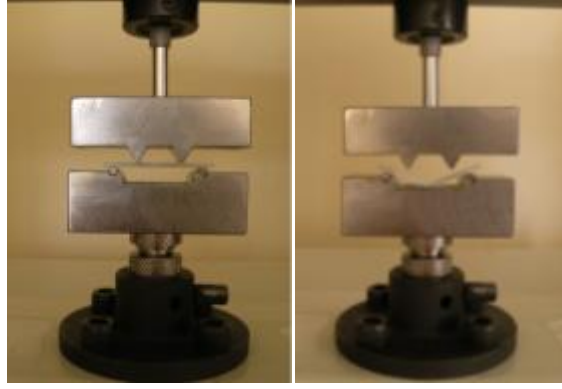
Resim 9: Üç nokta eğme testi düzeneği

Dört nokta eğme testi: Test düzeneğine uygun olarak hazırlanan örneğin heterojen bölümü kuvvet uygulayan iki uca eşit uzaklıkta yerleştirilmekte ve uçlar tarafından uygulanan kuvvet sonucu meydana gelen eğilme ya da kırılma kuvveti hesaplanmaktadır (Resim 10). Kuvvet uygulayan iki ucun arasındaki alanda homojen bir stres alanı oluşmaktadır.

Dört nokta eğme dayanımı (σ_4) aşağıdaki formülle hesaplanmaktadır:

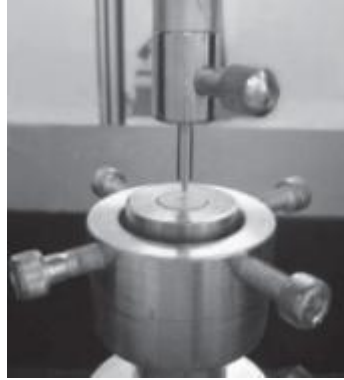
$$\sigma_4 = 3F(L-L_i) / 2wh^2$$

F kırık oluşturan kuvveti, L_i kuvvet uygulayan uçların merkezleri arasındaki uzaklığı, L destekleyici uçların merkezleri arasındaki uzaklığı, w örnek genişliğini ve h örnek yüksekliğini sembolize etmektedir (10).



Resim 10: Dört nokta eğme testi düzeneği

Biaksiyel eğme testi: Test düzeneğine uygun olarak hazırlanan örneğe merkezden tek noktadan kuvvet uygulanmakta ve örneğin karşıt yüzünün kenarlarında tepki kuvveti oluşturulmaktadır (Resim 11). Altı farklı test düzeneği hazırlanabilmektedir:



Resim 11: Üç top üzerine piston test düzeneği

- Çember üzerine çember (ring on ring),
- Çember üzerine piston (piston on ring),
- Top üzerine çember (ring on ball),
- Zemberek üzerine çember (ring on spring),
- Çember üzerine top (ball on ring),
- Üç top üzerine piston (piston on three balls) (Resim 11) (13, 83, 128, 201).

1.5. MEKANİK TESTLER SONUCU OLUŞAN KIRIK YÜZEYLERİNİN TETKİKİ

Kırık yüzeyinin topografisi; kırığın başlangıç noktası ve yayılımı hakkında bilgi elde edilmesine, yüklenme karakteristiğinin ve yerel streslerle mikroyapısal etkileşimin tanımlanmasına olanak sağlamaktadır (42).

1.5.1. Yüzey Görüntüleme Yöntemleri

Günümüzde kırık yüzeylerinin tetkiki amacıyla atomik kuvvet mikroskobu (Atomic Force Microscope= AFM), taramalı tünelleme mikroskobu (Scanning Tunneling Microscope= STM), geçirgenlik elektron mikroskobu (Transmission Electron Microscope= TEM) gibi pek çok teknik kullanılmaktadır (157).

Bu tekniklerden bir diğeri olan taramalı elektron mikroskobu (Scannig Electron Microscopy= SEM) fraktografik inceleme için güçlü bir araçtır (42) ve bu inceleme için genellikle hidrate ve yalıtkan olan biyolojik ve klinik örneklerin stabilize edilmesi, kurutulması ve metal ya da karbon ile kaplanması gerekmektedir (125). 1990'larda hidrate ya da kurutulmuş örneklerin iletken bir malzeme ile kaplanmasına gerek kalmadan doğrudan incelenmesine olanak tanıyan çevresel taramalı elektron mikroskobu (Environmental Scanning Electron Microscopy= ESEM) tanıtılmıştır (Resim 12) (125). ESEM üç farklı operasyon modunda kullanılabilir: 1) ıslak mod: örnekler tamamen hidrate

olabilmektedir ve kısmi ya da tamamen buhara doymuş atmosferde görüntüleme yapılmaktadır; 2) düşük vakum modu: örnekler genellikle kurudur fakat iletken bir tabaka ile kaplanmamaktadır; 3) yüksek vakum modu: sadece kurutulmuş ve iletken bir tabaka ile kaplanmış örneklerin görüntülemesi yapılabilmektedir (125).

SEM ve ESEM'de nitröz oksit, karbon dioksit, helyum, argon, nitrojen ve su buharı büyük hassasiyetle örnek çemberi üzerindeki basıncı kontrol etmek için varolan ayrı bir vakum pompası ile örnek çemberine iletilmektedir. ESEM'de en yaygın kullanılan gaz, verimi arttırdığı ve yararlı termodinamik özellikleri olduğu için su buharıdır. Pek çok yazar su buharı kullanımının görüntü keskinliği ve çözünürlüğüne olan olumlu etkilerini belirtmektedir (135).



Resim 12: Çevresel taramalı elektron mikroskobu

1.5.2. Kimyasal Analiz Yöntemleri

Kırık yüzeylerinin kimyasal analizleri genellikle kırık yüzeyinde gözlemlenen yapısal heterojenitelerin kimyasal kompozisyonunu belirlemek amacı ile yapılmaktadır. Bu heterojen alanlar tipik olarak kontamine taneciklerden, çökeltilerden, porlardan, camsı fazlardan ya da tanecik sınırlarından oluşmaktadır. Sıklıkla bu heterojen alanlar çatlak başlamasını ya da ilerlemesini sağlayan bölgelerdir. Örneğin polikristalin seramiklerin

kırılma dayanımlarındaki beklenmeyen azalma sıklıkla tanecik sınırlarındaki çökme ya da ayrışmadan kaynaklanmaktadır.(145)

Kırık yüzeylerinin kimyasal analizi için çok sayıda yöntem bulunmasına karşın örneklerin boyutları, şekli, yüzey pürüzlülüğü ve ulaşılmak istenen bilginin çeşidi; bu yöntemlerin uygulanabilirliklerini kısıtlamaktadır. Her olguda, analiz yönteminin yüzeye hassas ve aynı zamanda yeterli uzamsal çözünürlüğe sahip olması gerekmektedir. Bu yöntemler içinde kırık yüzeyleri için en fazla tercih edilen mikro analizlerin ve yüzey analizlerinin; enerji dağılımsal x – ışını spektroskopisi (Energy dispersive X-ray analysis= EDS), taramalı Auger mikroanaliz (Scanning Auger microanalysis= SAM), iyon mikroskobu (Ion microscopy), iyon dağılımı spektrometresi (Ion scattering spectrometry= ISS) olduğu belirtilmektedir.(145)

EDS'nin en yaygın kullanıma sahip kırık yüzey analizi olduğu belirtilmektedir. Bu analiz yönteminde çok iyi odaklanmış bir elektron demeti ile yüzey uyarılmakta ve incelenmektedir. Kırık yüzey topografisinin yüksek çözünürlüklü, üç boyutlu görüntüsünü oluşturmak için uyarılan yüzeyden yayılan ikincil ve geri saçılan elektronlar kullanılabilir. Ayrıca uyarılan yüzeyden yayılan X ışınlarının karakteristiği enerji dağılımsal x – ışını çözümleyicisi tarafından algılanabilmektedir. Bu sayede yüzeydeki tanecik içeriğinin elemental dağılımının nitel ve nicel ölçümleri yapılabilmektedir. Bu analizin yüzey hassasiyeti 1-2 µm ile sınırlıdır. (145)

Bu çalışmanın amacı; zirkonya(Y-TZP)-rezin siman başarısını arttırması amaçlanan “glazür işlemi sonrası hidroflorik asit uygulamasının” günümüzde klinikte rutin uygulamada olan ve yeni denenmekte olan hazırlık işlemleri ile karşılaştırılması ve kendi içinde de yeterli derecede etkin olup olmadığının tartışılmasıdır.

Çalışmanın H_0 hipotezi; glazür işlemleri sonrası hidroflorik asit uygulanması işleminin, test edilen diğer yüzey hazırlık işlemlerinden daha yüksek bağ dayanımı değerleri vereceğidir.

BÖLÜM II

GEREÇ VE YÖNTEM

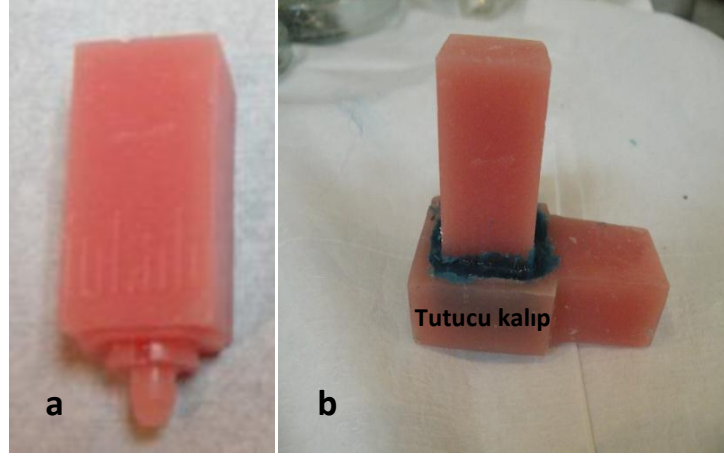
Çalışmamızda, kontrol ve dört farklı yüzey hazırlık işlemi uygulanan bir Y-TZP alt yapı seramiğinin, ışık ve kimyasal yol ile sertleşen iki farklı rezin siman ile arasındaki bağ dayanımı dört nokta eğme testi kullanılarak in vitro olarak incelendi.

Çalışmada kullanılan materyaller ve kimyasal yapıları Tablo 2’de listelenmiştir.

Çalışmada %95 güven aralığında, 0,90’lık ayırt etme gücü elde edebilmek için test edilmesi gereken en az örnek sayısını belirleyebilmek için Ege Üniversitesi Biyoistatistik ve Tıbbi Bilişim Anabilim Dalı’nda ön çalışma bulguları kullanılarak G*Power 3.10 programı (Faul, F. & Erdfelder, E. (1992). *GPOWER: A priori, post-hoc, and compromise power analyses for MS-DOS [bilgisayar programı]*. Bonn, FRG: Bonn Üniversitesi, Psikoloji Bölümü, Bonn, Almanya) ile güç analizi (power analizi) uygulandı ve 0,90’nın üzerinde ayırt etme gücü elde edebilmek için her alt grupta 10 örnek kullanılması gerektiği belirlendikten sonra örnek hazırlama aşamasına geçildi. Fakat çalışma sonucunda ulaşılan ayırt etme gücü (achieved power) 1.00 olarak belirlendi ve maksimum ayırt etme gücüne ulaşılmış oldu.

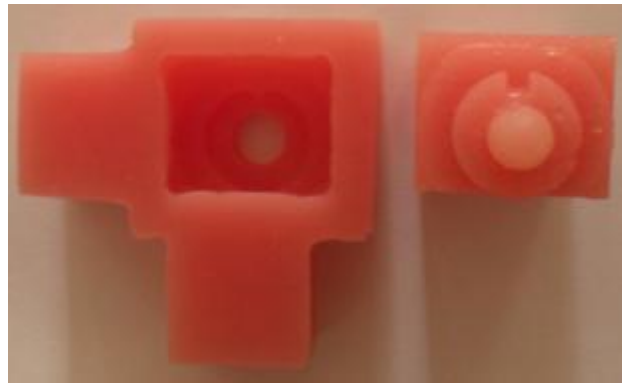
2.1. ÖN ÇALIŞMA

Çalışmada kullanılacak örneklerin doğru boyutlarda hazırlanması amacı ile zirkonya blokların (Vita In-Ceram YZ-40/19; Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Almanya) koyu ve akıcı kıvamlı silikon ölçü maddeleri (C tipi silikon, Speedex, Coltène/Whaledent, Altstätten, İsviçre) ile ölçüsü alınarak negatifi oluşturuldu ve otopolimerizan metil metakrilat akrilik rezin (Self Curing Resin, Vertex, Zeist, Hollanda) ile bloğun kopyası elde edildi (Resim 13a).



Resim 13: (a) Akrilik rezin blok ve (b) tutucu kalıba uyumlandırma aşaması

Bu şekilde akrilik rezinden (Self Curing Resin, Vertex, Zeist, Hollanda) yapılmış olan kalıbın iç bölümü bloğa uyumlandırılırken zirkonya bloğun zarar görmemesi sağlandı. Blok tutucu kalıba uyumlandırılırken akıcı kıvamlı silikon ölçü maddesi (C tipi silikon, Speedex, Coltène/Whaledent, Altstätten, İsviçre) kullanıldı (Resim 13b). Zirkonya blok ile tutucu kalıp arasındaki anahtar kilit ilişkisi iki parçanın birleştirilmesi sırasında bloğun yanlış konumda sabitlenmesini engelledi (Resim 14). Bu uyumlandırma işlemi her yeni zirkonya bloğun yeni akrilik tutucu ile birleştirilmesinde akrilik blok kullanılarak tekrarlandı.



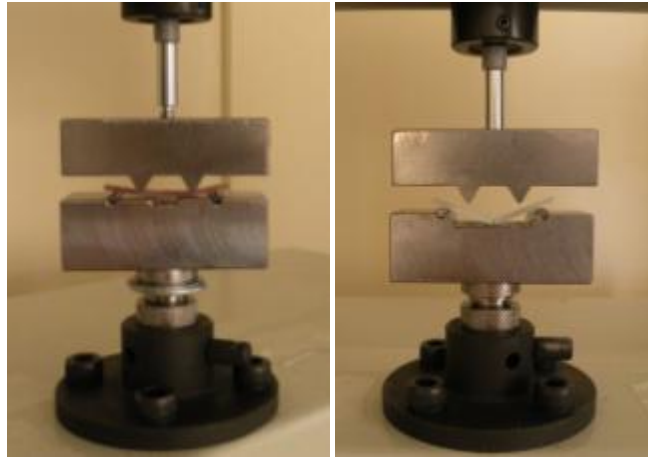
Resim 14: Akrilik rezin blok ile akrilik tutucu arasındaki anahtar-kilit ilişkisi

Akrilik blokla birleřtirilen akrilik tutucu düşük hızlı hassas kesme cihazında (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, ABD) kesilerek hem tutucunun hatalı bölümleri belirlendi hem de örneklerin bu şekilde düzgün elde edilebilirliđi test edilmiř oldu (Resim 15).



Resim 15: Akrilik rezin örnekler

Sinterize zirkonya örnek ölçülerindeki akrilik örnekler kullanılarak paslanmaz çelik simantasyon kalıbı bu çalıřmaya özel olarak üretildi. Bu akrilik örnekler yine otopolimerizan akrilik rezinle birbirlerine uç uca yapıřtırıldı ve bu çalıřma için özel olarak üretilmiř test düzeneđinde kırıldı. Bu şekilde, test düzeneđinin kırık alanını desteklediđi ve tam kırık oluřumuna engel olduđu belirlendi ve düzenekteki hatalı kısımlar düzeltildi (Resim 16).

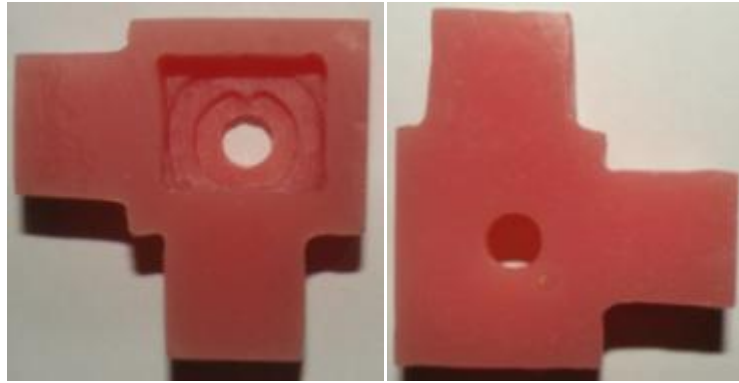


Resim 16: Hatalı test düzeneđi ve düzeltme sonrası

Zirkonya bloklardan elde edilen örneklerle (N= 40, simante örnek sayısı= 20; n= 4 simante örnek sayısı= 2) ön çalışma yapıldı. Bu ön çalışma sonuçları ile G*Power 3.10 programı (Faul, F. & Erdfelder, E. (1992). *GPOWER: A priori, post-hoc, and compromise power analyses for MS-DOS [bilgisayar programı]*. Bonn, FRG: Bonn Üniversitesi, Psikoloji Bölümü, Bonn, Almanya) kullanılarak güç analizi yapıldı (0,92) ve alt gruptaki örnek sayısı belirlendi (n= 10). Ön çalışma sırasında rezin siman polimerizasyonu için kullanılan ışık ünitesinin (Bluephase, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) test sonuçlarını etkileyebileceği gözlemlendi ve kalibre edilerek ışık uygulaması için standardizasyon sağlandı. Bu çalışma sırasında glazür tabakasının kalınlığı tüm örnek yüzeyinde homojen olarak elde edilemediği için glazür seramiğinin toz-likit karışımı sonucu elde edilen krem formu (IPS e.max Ceram Glaze Paste & Liquid; Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) yerine sprey formunun (IPS e.max Ceram Glaze Spray; Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) kullanımına karar verildi.

2.2. Y-TZP ÖRNEKLERİN HAZIRLANMASI

Presinterize Y-TZP blokların (Vita In-Ceram YZ-40/19; Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Almanya) düşük hızlı kesme cihazına (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, ABD) bağlanabilmesi amacıyla otopolimerizan metil metakrilat akrilik rezinden (Self Curing Resin, Vertex, Zeist, Hollanda) üzerinde tutucuları olan kalıplar hazırlandı (Resim 17).



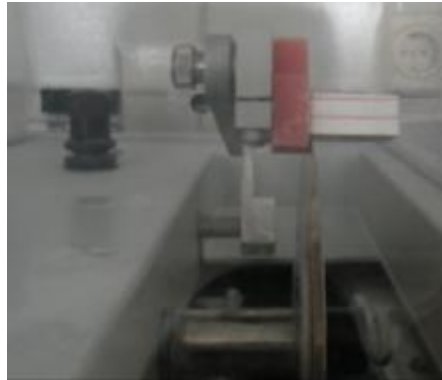
Resim 17: Akrilik tutucu kalıpları

Kalıplara yine akıcı otopolimerizan metil metakrilat akrilik rezin (Self Curing Resin, Vertex, Zeist, Hollanda) ile sabitlenen bloklar uzun aksları, elmas kesme diskine (Diamond Wafering Blade 15 LC, Buehler, Lake Bluff, IL, ABD) paralel olacak şekilde cihaza yerleştirildi (Resim 18).



Resim 18: Kesme diskine paralel yerleştirilen zirkonya blok

Cihaz 400 devir/dk. hızda ve su soğutmasıyla çalıştırılıp 6,25 mm kalınlığında 2 dilime ayrıldıktan sonra blok 90° çevrildi ve 2,5 mm kalınlığında 6 dilime ayrıldı. Daha sonra blok, uzun aksı elmas kesme diskine dik olacak şekilde cihaza sabitlenip 31,25 mm uzunluğunda kesildi (Resim 19).



Resim 19: Kesme diskine dik yerleştirilen zirkonya blok

Her bloktan boyutları ortalama “2,5 x 6,25 x 31,25” mm³ olan 12 örnek elde edildi (Resim 20).



Resim 20: Bar şeklinde presinterize zirkonya örnekler

2.2.1. Y-TZP Örneklerin Sinterizasyonu

Bar şeklindeki presinterize zirkonya (PSZ) örnekler, üretici firmanın önerileri doğrultusunda ısısı maksimum 1530 °C olacak şekilde 7,5 saat sinterizasyon fırınında (MOS 160/1, Protherm, Ankara, Türkiye) sinterize edilerek büzülme sonucu son boyutlarına (25.0 × 5.0 × 2.0 mm³) getirildi.

2.2.2. Ultrasonik Temizlik











Sinterizasyondan sonra örneklere (oda ısısında) ultrasonik temizleyicide (Bandelin Sonorex RK102 Transistor, Bandelin, Walldorf, Almanya) önce etanol sonra deiyonize su ile 15'er dk. temizlik işlemi uygulandı (Resim 21). Temizlenen örneklerin yağ ve kir ile kontaminasyonunu engellemek amacı ile örnekler steril bir presel kullanılarak steril cam kutulara yerleştirildi.



Resim 21: Ultrasonik temizlik uygulanan örnekler

2.3. YÜZEY HAZIRLIK İŞLEMLERİ

Işık ve kimyasal yol ile sertleşen iki farklı rezin siman için 5 farklı yüzey hazırlık işleminin her birinde 10'ar örnek olacak şekilde toplam 100'er örnekten oluşan 2 ana zirkonya örnek grubu oluşturuldu (Tablo 1).

YAPIŞTIRICI REZİN SİMANLAR			
YÜZEY İŞLEMLERİ		P	R
Kontrol (C)	N=10	 N=10	
Kumlama (Sb)	N=10	 N=10	
Zirkonya primeri (Z)	N=10	 N=10	
Glazür+ HF (GHF)	N=10	 N=10	
Arayüz cam seramiği (CC)	N=10	 N=10	

Tablo 1: Örnek sayısının siman ana grupları ve yüzey hazırlık işlemi alt gruplarına göre dağılımı.

Hazırlanan zirkonya örneklerde, simantasyon öncesi yapıştırma yüzeylerini simüle eden alanlara aşağıdaki yüzey işlemleri uygulandı:

2.3.1. Kontrol Grubu (C)

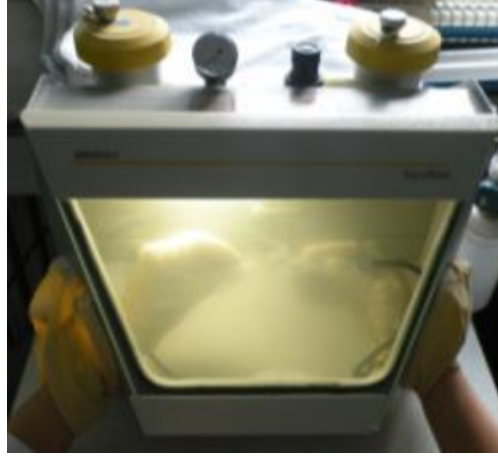
Kontrol grubunda yer alan örneklere (n=10) hiçbir yüzey hazırlık işlemi uygulanmadı (Resim 22).



Resim 22: Kontrol grubundaki örnekler

2.3.2. Kuşlama Grubu (Sb)

Kuşlama cihazında (EasyBlast, Bego, Bremen, Almanya) 1,25 mm çapında püskürtücü bir uç ve 50 µm'lik Al₂O₃ kumu (Sheraaluminiumoxid 50 MY, Shera Werkstoff Technologie, Hannover, Almanya) kullanılarak örneklerin simantasyon yüzeyine dik olacak şekilde, 2. 8 bar basınçla ve 10 mm uzaklıktan 13 sn süreyle kuşlama yapıldı (Resim 23) (5).



Resim 23: Kumlama cihazı ve örneklere uygulanan kumlama işlemi

2.3.3. Zirkonya Primer Grubu (Z)

Örneklerin simantasyon yüzeyi su spreyi ile yıkayıp hava spreyi ile kurutulduktan sonra yüzeye 2 tabaka Z-PRIME Plus (BISCO, Inc., Schaumburg, IL, ABD) homojen bir şekilde aplikatör ile uygulandı (Resim 24). Uygulanan yüzey, üretici firmanın önerileri doğrultusunda solventin uçması için 3-5sn hava ile kurutuldu.



Resim 24: Örneklere zirkonya primer uygulanması

2.3.4. Glazür + HF Grubu (GHF)

Örneklerin simantasyon yüzeyine; glazür tabakası kalınlığını azaltmak amacı ile spreyci formunda iki kat glazür (IPS e.max Ceram Glaze Spray; Ivoclar) uygulandı (Resim 25).



Resim 25: Örnekler üzerine glazür tabakasının uygulanması

Glazürün fırınlama işlemi üretici firmanın önerileri doğrultusunda seramik fırını (Programat P90, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) kullanılarak yapıldı (Resim 26). Isı uygulama programı 403°C'den başladı ve sıcaklık vakum altında kademeli olarak dakikada 60°C artacak şekilde 725°C'ye kadar yükseltildi.



Resim 26: Örneklere glazür fırınlamasının (glaze firing) uygulanması

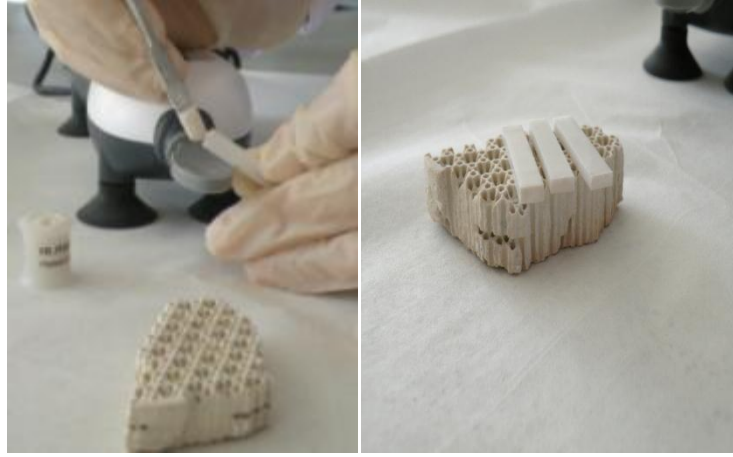
Fazlalıklar, 600# SiO₂ zımpara kullanılarak temizlendi. Glazürlenmiş örneklere 60 saniye süre ile %9.5 HF asit jeli (Ultradent, South Jordan, UT, ABD) uygulandı (Resim 27), 90 saniye suyla yıkandı, nötralizan pudranın (CaCO₃ ve Na₂CO₃) dilüe edilmiş solüsyonu ile nötralize edildi, 20 saniye suyla yıkandı ve hava spreyi ile kurutuldu (39).



Resim 27: Örneklere HF asit jeli uygulanması

2.3.5. Arayüz Cam Seramiği Grubu (Crystall.Connect®) (CC)

Bu gruptaki zirkonya örneklerin yüzeylerine ise, temel amacı CAD/CAM teknolojisi ile üretilen zirkonya alt yapı ile lityum disilikat üst yapı seramiğinin birleştirilmesinde homojen bir ara tabaka oluşturarak iki seramik malzeme arasında güvenilir bağlanma sağlamak olan (133); titreşim ile akışkanlaşan, tiksotropik bir arayüz cam seramik materyali (Crystall/.Connect, Ivoclar Vivadent,Schaan, Liechtenstein) modifiye bir yöntem olarak uygulandı. Materyali karıştırmak için, kapalı olan kapsül (IPS e.max CAD Crystall/.Connect, Ivoclar Vivadent,Schaan, Liechtenstein), vibrasyon tablasına (Ivomix, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) yerleştirildi ve 10 sn süre ile hafifçe titreşim uygulandı. Materyal, örneklerin simantasyon yüzeylerine uygulandıktan sonra örnekler kısa bir süre karıştırıcının tablasına konuldu ve titreşim verilerek ürünün homojen olarak yayılması ve uygulanan tabakanın incilmesi sağlandı (Resim 28).



Resim 28: Örnekler cam seramik malzemenin uygulanması

Taşan kısımlar temizlenmeden önce ürünün kuruması için 5 sn beklendi. Temizleme işleminden sonra örneklerin sıvıya ve buhara maruz kalmamasına dikkat edildi. Crystal.Connect'in sinterizasyon işlemi, seramik fırını (Programat P90, Ivoclar Vivadent) kullanılarak yapıldı (Resim 29). Isı uygulama programı 403°C'den başladı ve sıcaklık vakum altında kademeli olarak dakikada 30°C artacak şekilde 840°C'ye kadar yükseltildi.



Resim 29: Örnekler kristalizasyon fırınlamasının (crystallization firing) uygulanması

Fırınlama işleminden sonra örneklere 60 saniye %9.5 HF asit jeli (Ultradent, South Jordan, UT, ABD) uygulandı, 90 saniye suyla yıkandı, nötralizan pudranın (CaCO_3 ve Na_2CO_3) dilüe edilmiş solüsyonu ile nötralize edildi, 20 saniye suyla yıkandı ve hava spreyi ile kurutuldu (39).

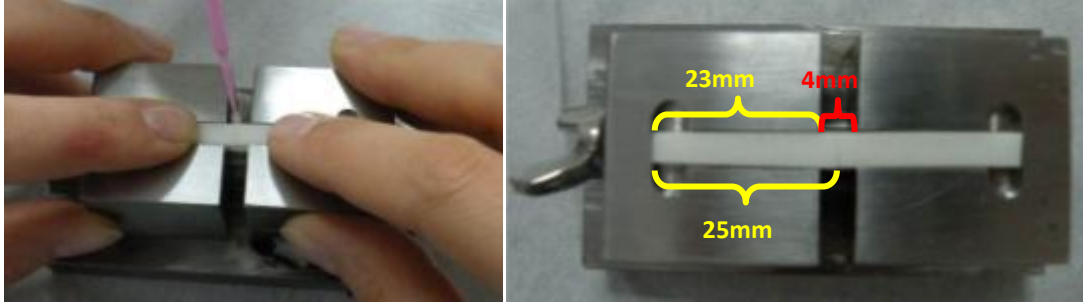
Örnekler (N=200) 2 ana yapıştırıcı siman grubuna ayrıldı: Rely-X U 200 (3M ESPE, Irvine, CA, ABD) (R) ve Panavia F 2.0 (Kuraray, Tokyo, Japonya) (P).

Marka Adı	Üretici Firma	Kimyasal İçerik*	Parti no.
Panavia F 2.0	Kuraray Medical, Tokyo, Japonya	A pastası: BPEDEMA/MDP/DMA	00037 A
		B pastası: Ba-B-Si-cam/silika içeren kompozit	00020 A
Oxyguard II	Kuraray Medical, Tokyo, Japonya	Polietilenglikol/gliserin jel	00471A
Rely-X U 100 (Clicker Dispenser) Baz	3M ESPE, Irvine, CA, ABD	Cam tozu, silika kalsiyum hidroksit, pigment, substituted pyrimidine, peroksit birleşimi, başlatıcı	315751
Rely-X U 100 (Clicker Dispenser) Katalizör		Metakrilatlar, fosforik esterler, Dimetakrilatlar, Asetat, Stabilizör, Self-cure başlatıcılar, Light-cure başlatıcılar	
Vita In-Ceram YZ-40/19 zirkonya blok	Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Almanya	%91-94 ZrO ₂ , %4-6 Y ₂ O ₃ , %2-4 HfO ₂ , <%0,1 Al ₂ O ₃ , <%0,1 SiO ₂ , <%0,1 Na ₂ O	ECYZ40192
Z-Prime PLUS zirkonya primeri	Bisco, Schaumburg, IL, ABD	%10 bifenil dimetakrilat, %10 hidroksietil metakrilat, %90 etanol	B-6001P
IPS e-max Crystall.Glaze sprej glazür	Ivoclar, Vivadent, Schaan, Liechtenstein	%40-60 Pudra (%60-65 SiO ₂ , %15-19 K ₂ O, %6-10,5 Al ₂ O ₃ , %5,5-30 diğer oksitler ve pigmentler), %15-20 propanol, % 20-40 isobütan as propellant, bütandiol	P56200
IPS e-max. Crystall/.Connect arayüz bağlantı seramiği	Ivoclar, Vivadent, Schaan, Liechtenstein	% 50-65 SiO ₂ , % 8-22 Al ₂ O ₃ , % 6-11 Na ₂ O, % 4-8 K ₂ O, % 1-3 ZnO, % 5-17.5 diğer oksitler, % 0.1-3 pigmentler, (% 70-90 toz, % 11-30 su, bütandiol, çinko klorid)	
Ultraetch HF asit	Ultradent Products, South Jordan, UT, ABD	% 9,5 Hidroflorik asit	C123

Tablo 2: Çalışmada kullanılan materyaller ve kimyasal yapıları

2.4. ÖRNEKLERİN SİMANTASYONU

Bar şeklinde hazırlanmış zirkonya örnekler; kimyasal olarak farklı iki adet yapıştırıcı siman ile (P ve R) yapıştırıcı malzemenin kalınlığını standardize etmek amacıyla özel olarak tasarlanmış olan paslanmaz çelik bir kalıp kullanılarak uç uca yapıştırıldı (Resim 30).



Resim 30: Simantasyonda kullanılan bireysel kalıp ve simantasyon işlemi

Simantasyondan önce her iki örneğin uzunlukları ölçüldü (~25 mm) ve kalıba (23 mm) karşılıklı olarak yerleştirildi. Kalıbın kenarları arasındaki mesafe dijital kumpas kullanılarak ölçüldü (~4 mm). Kalıbın kenarları arasındaki 4 mm'lik mesafe simantasyon işlemi sırasında simanın rahat uygulanmasına ve fazlalıkların kalıba bulaştırılmadan uzaklaştırılabilmesine olanak tanıdı. Rezin siman aplikatörle her iki örneğe de uygulandıktan sonra kalıbın vidası sıkılarak örnekler birbirine yaklaştırıldı. Siman artıkları temizlendikten sonra kalıbın kenarları arasındaki mesafe yeniden ölçüldü. Siman kalınlığı bu şekilde standardize edilmeye çalışıldı.

P rezin simanının katalizör ve baz pastaları, üretici firmanın önerileri doğrultusunda eşit miktarlarda karıştırıldı, zirkonya barların simantasyon yüzeylerine uygulandı, taşan fazla siman, aplikatör kullanılarak uzaklaştırıldı, bu yüzeyler rezinin tam polimerizasyonu amacıyla oksijen inhibisyon jeli (Oxyguard, Kuraray, Japan) ile örtüldü ve 40 sn ışık uygulandı (Bluephase, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

R rezin simanının katalizör ve baz pastaları, üretici firmanın önerileri doğrultusunda eşit miktarlarda karıştırıldı, zirkonya barların simantasyon yüzeylerine uygulandı, taşan fazla siman aplikatör kullanılarak uzaklaştırıldı, ön polimerizasyon için 10 sn ışık (Bluephase, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) uygulandı ve polimerizasyonun tamamlanması amacıyla 5 dk. işlem yapılmadan beklendi.

2.5. DÖRT NOKTA EĞME TESTİ

2.5.1. Dört nokta eğme test düzeneğinin hazırlanması

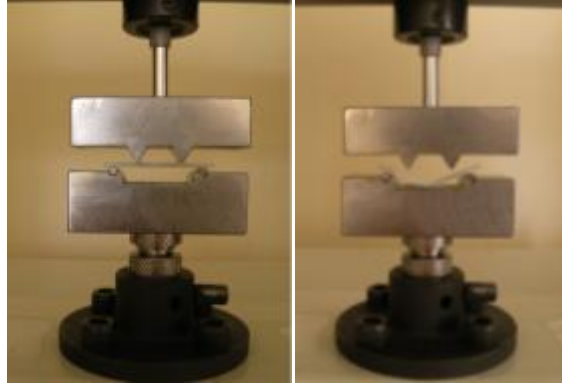
Örneklere dört nokta eğme testi uygulanabilmesi için ASTM standartları (ASTM C1674 – 11) doğrultusunda kırılğan ve gözenekli materyaller için önerilen standartta paslanmaz çelik bir düzenek, bu çalışmaya özel olarak üretilerek hazırlandı.



Resim 31: Çalışmada kullanılan dört nokta eğme testi düzeneği

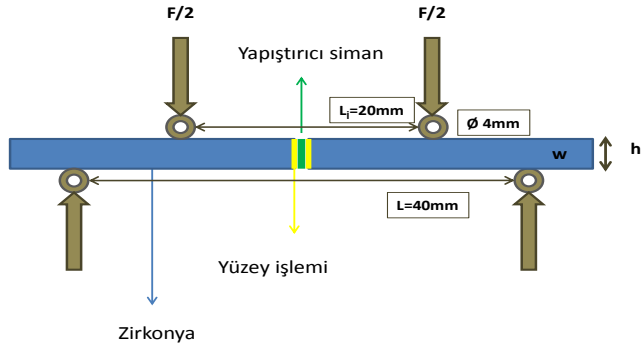
Bilgisayar kontrollü universal test cihazı (Autograph Model AG-5 kN, Shimadzu, Kyoto, Japonya) kullanılarak dört nokta eğme testi uygulandı (Resim 31).

Örnekler grup sırasına göre, test düzeneğine simantasyon bölgeleri kuvvet uygulayan iki uç arasında merkezde olacak şekilde yerleştirildi (Resim 32). 0,5 mm/dak hızla ve 2 mm yarı çaplı üst uçlarla örneklerde zayıf bölgeden kırılma görülene kadar kuvvet uygulandı.



Resim 32: Örneklere dört nokta eğme testinin uygulanması

Kırığın görüldüğü yükleme kuvveti kaydedildi. Dört nokta eğme dayanımı " $\sigma_4 = 3F(L-L_i) / 2wh^2$ " formülü kullanılarak hesaplandı. "F" kırığın görüldüğü kuvvet, " L_i " kuvvet uygulayan-üst uçlar arasındaki mesafe (20 mm), "L" destekleyici-alt uçların merkezleri arasındaki mesafe (40 mm), "w" örnek genişliği (5 mm), "h" örnek yüksekliği (2 mm) (Şekil 1).



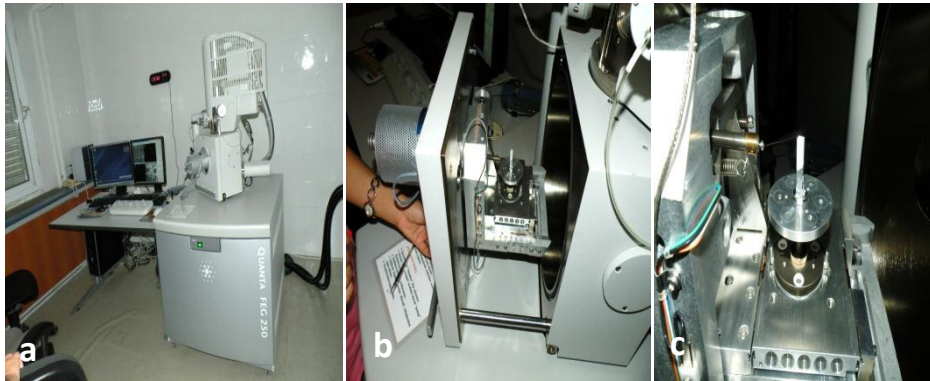
Şekil 1: Dört nokta eğme testi düzeneği şeması ve ölçüleri

2.6. DÖRT NOKTA EĞME TESTİ SONRASI KIRIK TIPLERİNİN BELİRLENMESİ

Dört nokta eğme testi sonrası, örneklerin yüzeyleri ışık mikroskobu (Eclipse ME600 Light Microscopy, Nikon, NIKON INSTRUMENTS INC., Melville, NY, ABD) altında incelenerek kopma alanlarına göre adeziv (a): alt yapı ve siman arasında %85'ten fazla oranda, koheziv (k): alt yapı ve/veya siman içinde %85'ten fazla oranda kopma ve kombine (m): adeziv ve koheziv kopmanın bir arada olması şeklinde 3 gruba sınıflandırıldı.

2.7. ÇEVRESEL TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOP (ESEM) GÖRÜNTÜLEMESİ ve ENERJİ DAĞILIMLI X-IŞINI SPEKTROSKOPİ (EDS/EDX) ANALİZİ

Dört nokta eğme testi sonrasında kırık yüzeylerinin incelenmesi amacı ile her gruba ait 2'şer adet örnek İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Malzeme Araştırma Merkezi'nde, değişken basınçlı taramalı elektron mikroskobunun (environmental scanning electron microscope= ESEM) düşük vakum görüntüleme modu kullanılarak (QUANTA 250 FEG SEM, FEI, Oregon, ABD), 56X ve 10000X büyütmede görüntülendi ve bu örneklere 43X büyütmede enerji dağılım spektroskopisi (energy-dispersive x-ray spectroscopy= EDS/EDX) analizi yapıldı (Resim 33).



Resim 33: ESEM görüntülemesi ve EDS analizi için kullanılan cihaz (a) ve örneklerin yerleşimi (b, c).

2.8. İSTATİSTİKSEL ANALİZ

Elde edilen ortalama 4 nokta eğme testi verilerinin ve kırık tipi dağılımlarının istatistiksel analizleri Ege Üniversitesi Tıp Fakültesi Biyoistatistik ve Tıbbi Bilişim Ana Bilim Dalı'nda, SPSS 16.0 (SPSS, IBM, New York, NY, ABD) yazılım programı kullanılarak yapıldı. Ortalama 4 nokta eğme testi verilerine Shapiro-Wilk normalite testi uygulanırken kırık tipi dağılımının değerlendirilmesinde ki-kare (Chi-Square) testi uygulandı ($P= 0,05$). Veriler normal dağılış gösterdiği için iki yönlü varyans analizi (ANOVA) $\alpha= 0,05$ önem düzeyinde uygulandı.

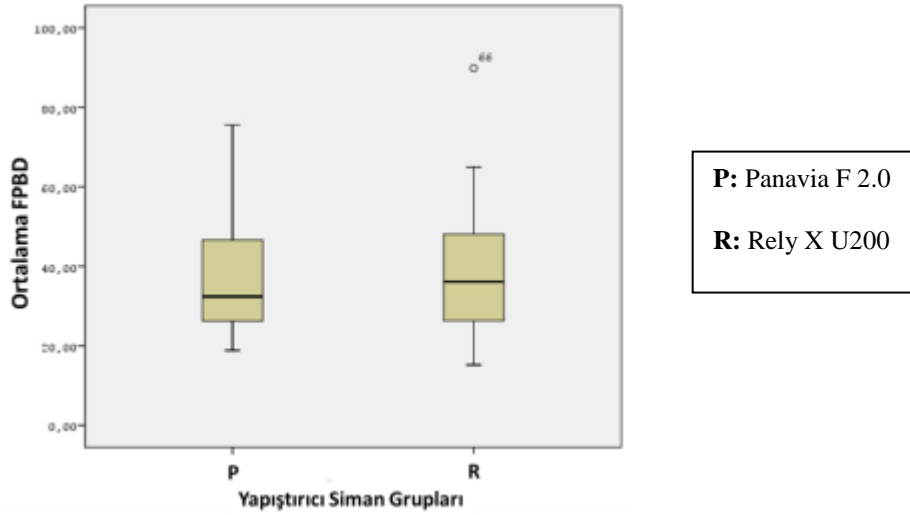
BÖLÜM III

BULGULAR

3.1. DÖRT NOKTA EĞME TESTİ BULGULARI

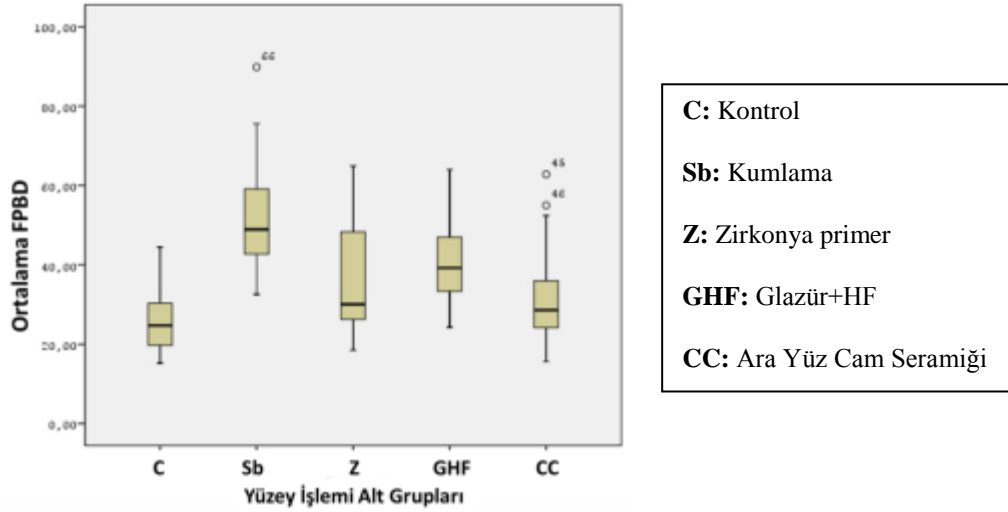
Çalışmadaki örneklerden elde edilen dört nokta eğme testi değerleri (FPBD) (MPa \pm SS) Tablo 3'te, Grafik 1, 2 ve 3'te görülmektedir.

Ortalama FPBD değerleri incelendiğinde; P (37.15 \pm 14.36) ve R (37.49 \pm 15.58) siman grupları arasındaki fark anlamlı bulunmamıştır (P = 0.887) (Grafik 1).



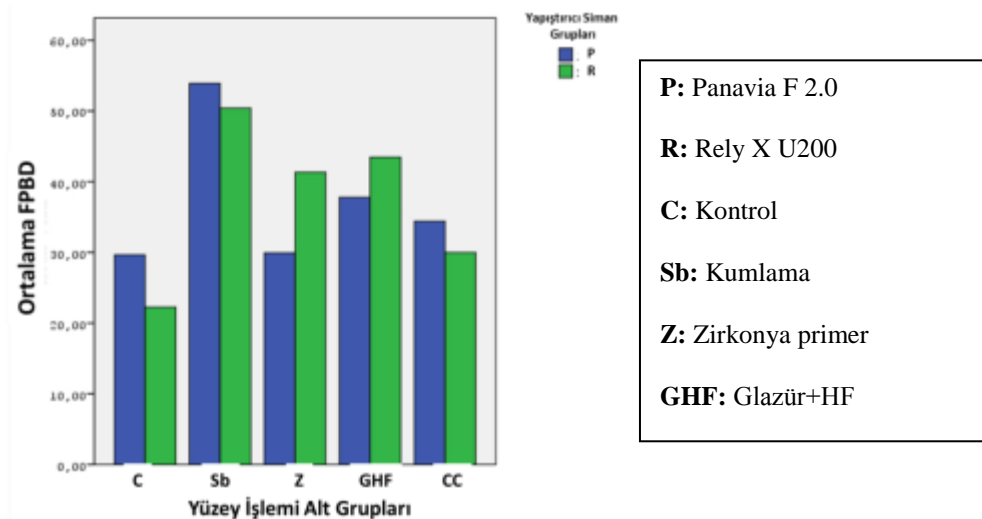
Grafik 1: P ve R siman gruplarında ortalama FPBD

Yüzey işlemleri arasındaki fark, GHF (40,63 \pm 11,23), Z (35,63 \pm 13,98) ve CC (32,2 \pm 12,72) gruplarına göre C (25,96 \pm 8,14) grubu için anlamlı oranda düşük ve Sb (52,16 \pm 14,1) grubu için anlamlı oranda yüksek bulunmuştur (P < 0,05). Z (35,63 \pm 13,98), GHF (40,63 \pm 11,23) ve CC (32,2 \pm 12,72) grupları arasındaki ortalama FPBD farkı istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır (P > 0,05) (Grafik 2).



Grafik 2: C, Sb, Z, GHF, CC yüzey işlemi alt gruplarında ortalama FPBD

C grubuna ilişkin ortalama FPBD incelendiğinde, P grubu ($29,66 \pm 8,76$), R grubundan ($22,26 \pm 5,71$) anlamlı oranda ($P= 0,038$) yüksek bulunmuştur. Diğer yüzey işlemi gruplarında simanlar arası FPBD istatistiksel olarak farklı bulunmamıştır ($P > 0,05$) (Grafik 3).



Grafik 3: P ve R siman grupları için her yüzey işlemi alt grubunun ortalama FPBD değerleri.

Alt Gruplar	Ana Gruplar	Ort. Değ.	Std. Sapma	p değerleri	Min	Max	Medyan
Kontrol (C)	P	29,66 ^a	± 8,76	0,038	18,9	44,5	
	R	22,26 ^x	± 5,71		15,18	32,13	
	Toplam	25,96 ^k	± 8,14	0,145	15,18	44,5	24,71
Kumlama (Sb)	P	53,92 ^b	± 11,63	0,591	35,04	75,56	
	R	50,41 ^y	± 16,66		32,58	89,85	
	Toplam	52,16 ^l	± 14,1	0,174	32,58	89,85	48,91
Z-prime (Z)	P	29,94 ^a	± 11,32	0,067	18,82	52,68	
	R	41,33 ^{yz}	± 14,58		18,48	64,95	
	Toplam	35,63 ^j	± 13,98	0,085	18,48	64,95	30,07
Glazür+HF (GHF)	P	37,8 ^a	± 12,41	0,271	24,25	63,97	
	R	43,46 ^{yz}	± 9,73		30,33	59,36	
	Toplam	40,63 ^j	± 11,23	0,253	24,25	63,97	39,24
Crystall.Connect (CC)	P	34,41 ^a	± 13,71	0,452	20,97	62,81	
	R	29,99 ^{xz}	± 11,94		15,6	52,38	
	Toplam	32,2 ^k	± 12,72	0,018	15,6	62,81	28,59

Tablo 3: İstatistiksel analiz sonuçlarının siman ana grupları ve yüzey hazırlık işlemi alt gruplarına göre dağılımı.

(a,b): “P” grubunda farklı harf taşıyan gruplar arası fark anlamlı ($p < 0,05$).

x,y,z: “R” grubunda farklı harf taşıyan gruplar arası fark anlamlı ($p < 0,05$).

l,j,k: “Toplam” grubunda farklı harf taşıyan gruplar arası fark anlamlı ($p < 0,05$).

3.1.1. Kontrol Grubu (C)

C grubunda FPB deęerleri incelendięinde, P grubu deęerleri ($29,66 \pm 8,76$), R grubu deęerlerinden ($22,26 \pm 5,71$) istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksek bulunmuştur ($P=0,038$).

Siman gruplarından bağımsız olarak, C grubu ($25,96 \pm 8,14$) ile Sb ($52,17 \pm 14,10$) ve GHF ($40,63 \pm 11,23$) grupları arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır ($P < 0,05$). C grubu ile Z ($35,64 \pm 13,98$) ve CC ($32,20 \pm 12,72$) grupları arasındaki fark istatistiksel olarak anlamsızdır ($P > 0,05$).

P siman ana grubuna ilişkin olarak yüzey işlemleri arasında C grubu, en düşük FPB deęerlerinin ($29,66 \pm 8,76$) görüldüğü grup olmuştur. P siman grubuna ilişkin olarak yüzey işlemleri arasında C grubunun ($29,66 \pm 8,76$); Sb grubu ($53,92 \pm 11,63$) ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı ($P=0,00$); Z grubu ($29,94 \pm 11,32$), GHF grubu ($37,8 \pm 12,41$) ve CC grubu ($34,42 \pm 13,71$) ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değildir ($P > 0,05$).

R siman ana grubuna ilişkin olarak yüzey işlemleri arasında C grubunun ($22,26 \pm 5,71$); Sb grubu ($50,41 \pm 16,66$), Z ($41,33 \pm 14,58$), ve GHF ($43,46 \pm 9,73$) grupları ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı ($P < 0,05$); CC grubu ($29,99 \pm 11,94$) ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değildir ($P=1,0$).

3.1.2. Kumlama Grubu (Sb)

Sb grubunda FPB deęerleri incelendięinde; P ($53,92 \pm 11,63$) ve R ($50,41 \pm 16,66$) grupları arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değildir ($P=0,591$).

Siman gruplarından bağımsız olarak, Sb grubu ($52,17 \pm 14,1$) ile C ($25,96 \pm 8,14$), Z ($35,64 \pm 13,98$), GHF ($40,64 \pm 11,24$), CC ($32,20 \pm 12,72$) grupları arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır ($P > 0,05$).

P siman ana grubuna ilişkin olarak yüzey işlemleri arasında Sb grubu, en yüksek FPB deęerlerinin ($53,92 \pm 11,63$) görüldüğü grup olmuştur. P siman ana grubuna ilişkin olarak yüzey işlemleri arasında Sb grubunun ($53,92 \pm 11,63$); C grubu ($29,66 \pm 8,76$), Z grubu

(29,94 ± 11,32), GHF grubu (37,8 ± 12,41) ve CC grubu (34,42 ± 13,71) ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır (P< 0,05).

R siman ana grubuna ilişkin olarak yüzey işlemleri arasında Sb grubunun (50,41 ± 16,66); C grubu (22,26 ± 5,71) ve CC grubu (29,99 ± 11,94) ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır (P< 0,05). Sb grubunun, Z (41,33± 14,58), ve GHF (43,46 ± 9,73) grupları ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değildir (P> 0,05)

3.1.3. Zirkonya Primer Grubu (Z)

Z grubunda FPB değerlerine bakıldığında P (29,94 ± 11,32) ve R (41,33± 14,58) grupları arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değildir (P= 0,067).

Siman gruplarından bağımsız olarak, Z grubu (35,64 ± 13,98) ile C (25,96 ± 8,14), GHF (40,64 ± 11,24) ve CC (32,20 ± 12,72) grupları arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değildir (P> 0,05). Z grubu ile Sb grubu (52,17 ± 14,10) arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır (P= 0,00). P siman ana grubuna ilişkin olarak yüzey işlemleri arasında Z grubunun (29,94 ± 11,32); C (29,66 ± 8,76), GHF (37,8 ± 12,41) ve CC (34,42 ± 13,71) grupları ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değildir (P> 0,05). Z grubunun Sb grubu (50,41 ± 16,66) ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır (P= 0,00).

R siman ana grubuna ilişkin olarak yüzey işlemleri arasında Z grubunun (41,33± 14,58) C grubu (22,26 ± 5,71) ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır (P= 0,012). Z grubunun; Sb (50,41 ± 16,66), GHF (43,46 ± 9,73) ve CC (29,99 ± 11,94) grupları ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değildir (P> 0,05).

3.1.4. Glazür + HF Grubu (GHF)

GHF grubunda FPB değerlerine bakıldığında P (37,8 ± 12,41) ve R (43,46 ± 9,73) grupları arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değildir (P= 0,271).

Siman gruplarından bağımsız olarak, GHF grubu (40,64 ± 11,24) ile C (25,96 ± 8,14) ve Sb (52,17 ± 14,10) grupları arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır (P< 0,05). GHF grubu ile Z (35,64 ± 13,98) ve CC (32,20 ± 12,72) grupları arasındaki fark istatistiksel olarak

anlamsızdır($P > 0,05$).

P siman ana grubuna ilişkin olarak yüzey işlemleri arasında GHF grubunun ($37,8 \pm 12,41$) Sb grubu ($50,41 \pm 16,66$) ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır ($P = 0,035$). GHF grubunun; C ($29,66 \pm 8,76$), Z ($29,94 \pm 11,32$) ve CC ($34,42 \pm 13,71$) grupları ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değildir ($P > 0,05$).

R siman ana grubuna ilişkin olarak yüzey işlemleri arasında GHF grubunun ($43,46 \pm 9,73$) C grubu ($22,26 \pm 5,71$) ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır ($P = 0,004$). GHF grubunun; Sb ($50,41 \pm 16,66$), Z ($41,33 \pm 14,58$) ve CC ($29,99 \pm 11,94$) grupları ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değildir ($P > 0,05$).

3.1.5. Arayüz cam seramiği (Crystall.Connect) Grubu (CC)

CC grubunda FPB değerlerine bakıldığında P ($34,41 \pm 13,71$) ve R ($29,99 \pm 11,94$) grupları arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değildir ($P = 0,452$).

Siman gruplarından bağımsız olarak, CC grubu ($32,20 \pm 12,72$) ile C ($25,96 \pm 8,14$), Z ($35,64 \pm 13,98$) ve GHF ($40,64 \pm 11,24$) grupları arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değildir ($P > 0,05$). CC grubu ile Sb grubu ($52,17 \pm 14,10$) arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır ($P = 0,00$).

P siman ana grubuna ilişkin olarak yüzey işlemleri arasında CC grubunun ($34,42 \pm 13,71$) Sb grubu ($50,41 \pm 16,66$) ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır ($P = 0,005$). CC grubunun; C ($29,66 \pm 8,76$), Z ($29,94 \pm 11,32$) ve GHF ($37,8 \pm 12,41$) grupları ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değildir ($P > 0,05$).

R siman ana grubuna ilişkin olarak yüzey işlemleri arasında CC grubunun ($29,99 \pm 11,94$) Sb ($50,41 \pm 16,66$) grubu ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır ($P = 0,006$). CC grubunun; C ($22,26 \pm 5,71$), Z ($41,33 \pm 14,58$) ve GHF ($43,46 \pm 9,73$) grupları ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değildir ($P > 0,05$).

3.2. KIRIK TIPLERİNİN DAĞILIMI

Dört nokta eğme testi sonrası kırık yüzeylerinin ışık mikroskobu (Eclipse ME600 Light Microscopy, Nikon, NIKON INSTRUMENTS INC., Melville, NY, ABD) kullanılarak incelenmesi sonucu belirlenen kırık tiplerinin dağılımı Tablo 4'te gösterilmiştir.

	C	Sb	Z	GHF	CC
P	7/0/3	0/4/6	1/1/8	1/0/9	0/3/7
R	6/0/4	1/0/9	5/0/5	5/0/5	4/4/2

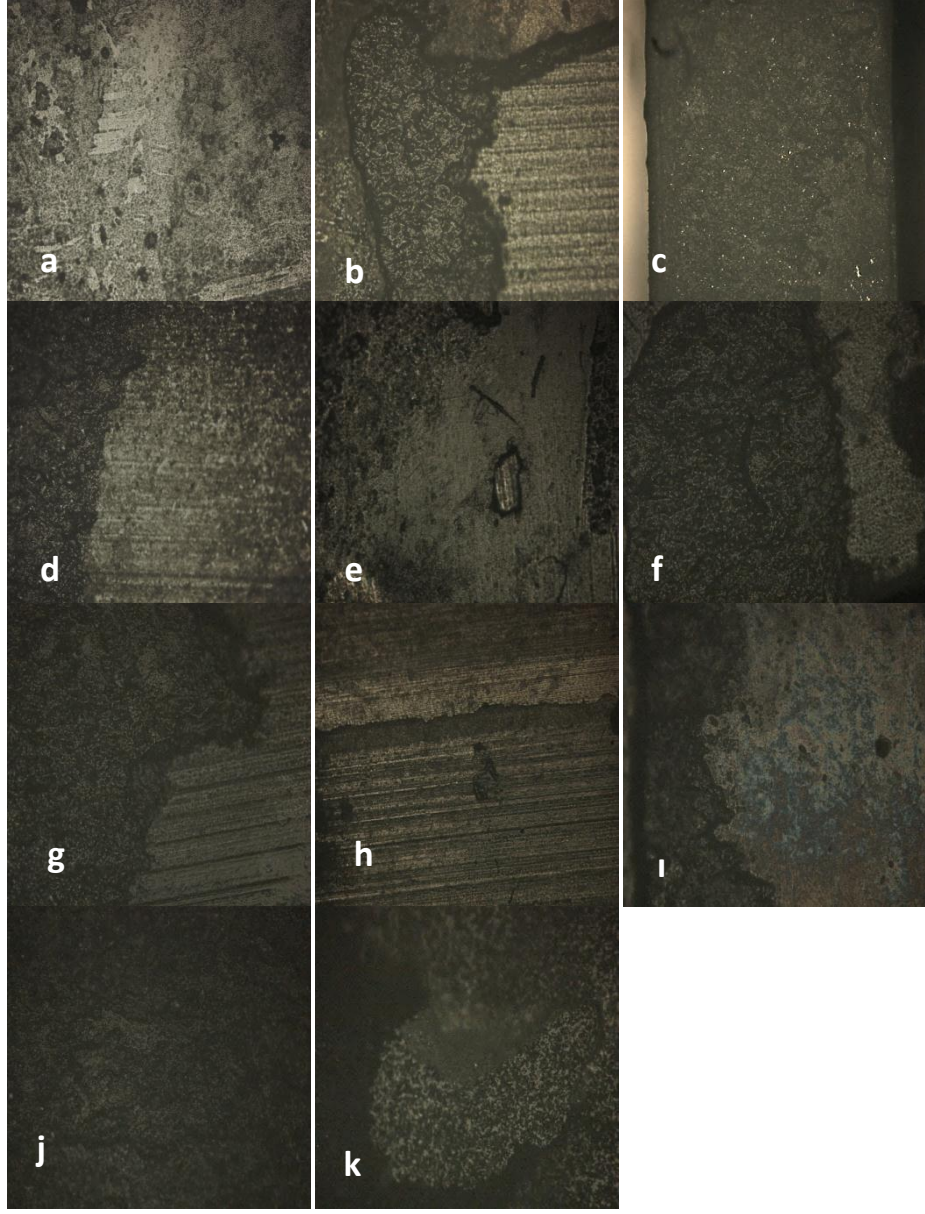
Tablo 4: Dört nokta eğme testi sonucu oluşan kırık tiplerinin siman ana ve yüzey işleme alt gruplarına göre dağılımı (adeziv/koheziv/kombine).

Siman ana gruplarında yüzey işleme alt gruplarından bağımsız olarak yüzeylerdeki kırık tiplerine ilişkin P ve R grupları arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır ($P=0,027$). P grubu içindeki kırık tiplerinin %18'i adeziv= a, %16'sı koheziv= k ve %66'sı kombine= m (Resim 34); R grubu içindeki kırık tiplerinin %42'si a, %8'i k ve %50'si m'dir (Resim 35). Tüm kırık yüzeylerine bakıldığında adeziv kırığın %30'u P ve %70'i R; koheziv kırığın %66,7'si P ve %33,3'ü R; kombine kırığın %56,9'u P ve %43,1'i R gruplarına ilişkindir.

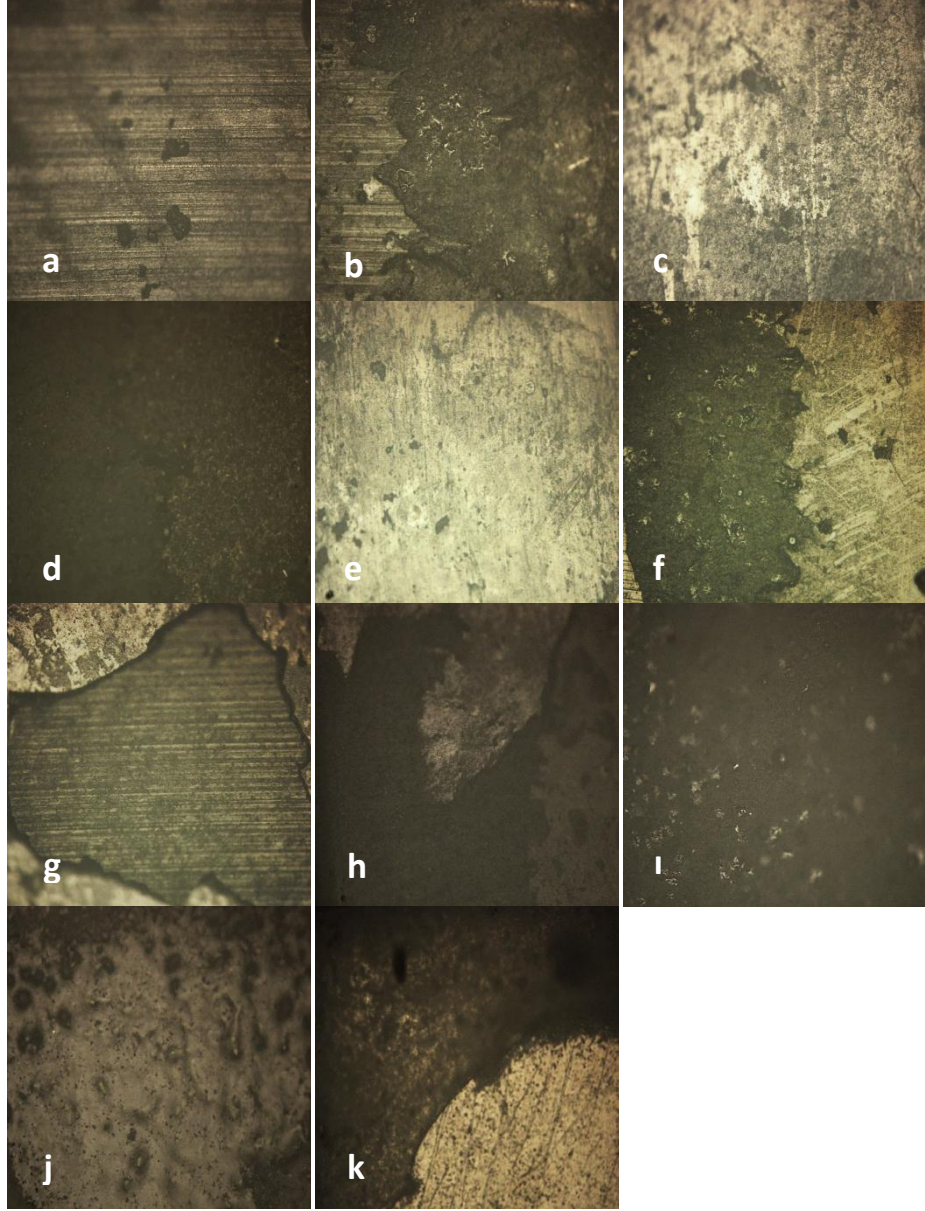
Yüzey işleme alt gruplarında siman ana gruplarından bağımsız olarak yüzeylerdeki kırık tiplerine bakıldığında yüzey işlemleri arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır ($P=0$). Kontrol (C) grubu içindeki kırık tiplerinin %65'i a, %0'ı k ve %35'i m'dir. Tüm kırık yüzeylerine bakıldığında adeziv kırığın %43'ü, koheziv kırığın %0'ı ve kombine kırığın %12,1'i C grubunda görüldü. Kumlama (Sb) grubu içindeki kırık tiplerinin %5'i a, %20'si k ve %75'i m'dir. Tüm kırık yüzeylerine bakıldığında adeziv kırığın %3,3'ü, koheziv kırığın

%33,3'ü ve kombine kırığın %25,9'u Sb grubunda görüldü. Zirkonya primeri (Z) grubu içindeki kırık tiplerinin %30'u a, %5'i k ve %65'i m'dir. Tüm kırık yüzeylerine bakıldığında adeziv kırığın %20'si, koheziv kırığın %8,3'ü ve kombine kırığın %22,4'ü Z grubunda görüldü. Glazür + HF (GHF) grubu içindeki kırık tiplerinin %30'u a, %0'ı k ve %70'i m'dir. Tüm kırık yüzeyleri incelendiğinde adeziv kırığın %20'si, koheziv kırığın %0'ı ve kombine kırığın %24,1'i GHF grubunda görüldü. Arayüz cam seramiği (Crystall.Connect) (CC) grubu içindeki kırık tiplerinin %20'si a, %35'i k ve %45'i m'dir. Tüm kırık yüzeylerine bakıldığında adeziv kırığın %13,3'ü, koheziv kırığın %58,3'ü ve %15,5'i CC grubunda görüldü.

Yüzey işlemleri alt gruplarında siman ana grupları arası fark incelendiğinde CC grubunda P (a= % 0, k= % 30 ve m= %70) ve R (a= % 40, k= % 40 ve m= % 20) simanları arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı ($P= 0,03$); C [P (a= % 70, k= % 0 ve m= % 30) ve R (a= % 60, k= % 0 ve m= % 40)], Sb [P (a= % 0, k= % 40 ve m= % 60) ve R (a= % 10, k= % 0 ve m= % 90)], Z [P (a= % 10, k= % 10 ve m= % 80) ve R (a = % 50, k= % 0 ve m= % 50)], GHF [P (a= % 10, k= % 0 ve m= % 90) ve R (a= % 50, k= % 0 ve m= % 50)] grupları için anlamsızdır ($P> 0,05$).



Resim 34: P siman grubuna ilişkin 10X büyütmede ışık mikroskobu görüntüleri. a) C grubu-adeziv, b) C grubu-karışık, c) Sb grubu-koheziv, d) Sb grubu-karışık, e) Z grubu-adeziv, f) Z grubu-koheziv, g) Z grubu-karışık, h) GHF grubu-adeziv, ı) GHF grubu-karışık, j) CC grubu-koheziv, k) CC grubu-karışık.



Resim 35: R siman grubuna ilişkin 10X büyütmede ışık mikroskobu görüntüleri. a) C grubu-adeziv, b) C grubu-karışık, c) Sb grubu-adeziv, d) Sb grubu-karışık, e) Z grubu-adeziv, f) Z grubu- karışık, g) GHF grubu-adeziv, h) GHF grubu-karışık, ı) CC grubu-adeziv j) CC grubu koheziv, k) CC grubu-karışık.

3.3. ESEM ve EDS BULGULARI

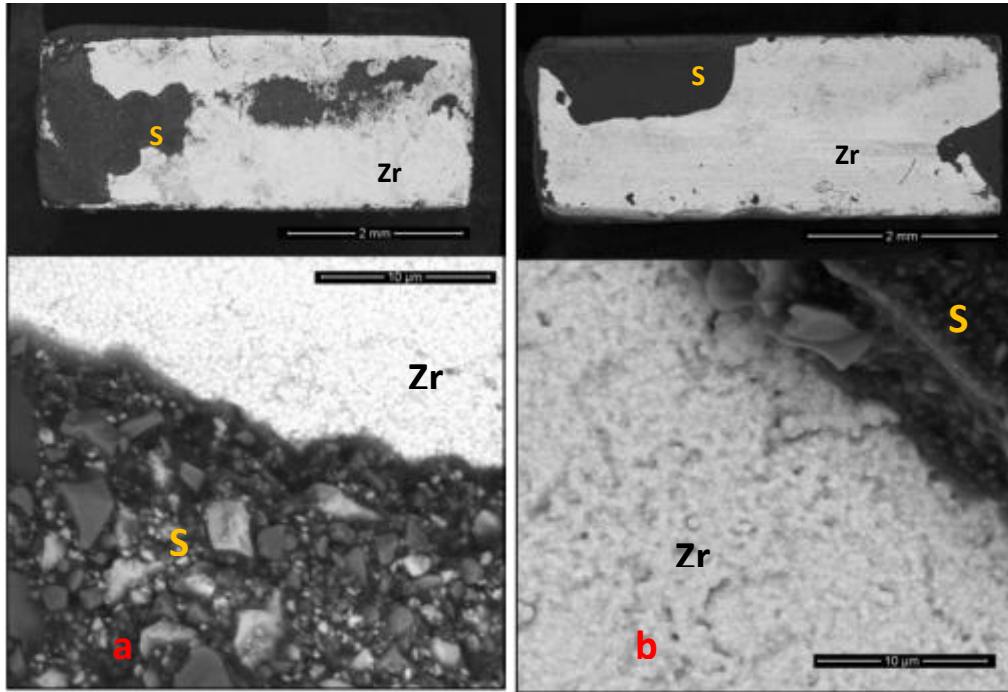
Örneklere farklı yüzey hazırlık işlemleri uygulanıp iki farklı yapıştırıcı simanla simante edildikten ve dört nokta eğme testi uygulandıktan sonra, 56X ve 10000X büyütmede, değişken basınçlı taramalı elektron mikroskobunda (ESEM –environmental

scanning elektron microscope) kırık yüzeylerinin görüntülemeleri yapıldı. Daha sonra görüntülemeleri yapılan örneklerin EDS analizleri 43X büyütmede yapıldı.

Siman ana grupları ve yüzey hazırlık işlemlerine göre incelenen örneklerden elde edilen SEM ve EDS görüntülerine ilişkin bulgular şu şekildedir:

3.3.1. Kontrol grubu (C)

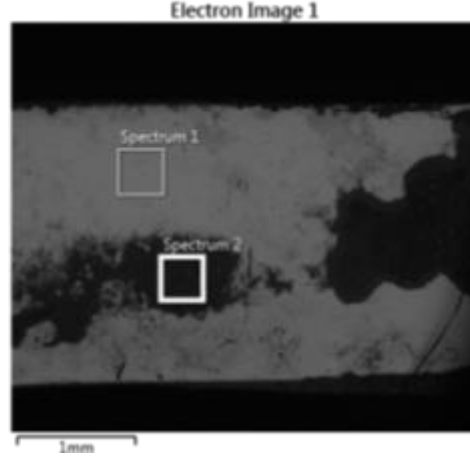
Kontrol grubundaki P ve R siman gruplarına ait ESEM görüntülerinde, hiçbir yüzey işlemi uygulanmadan simante edilmiş Y-TZP örneklerin kırık yüzeyleri 56X ve 10000X büyütmede görülmektedir. 56X büyütmedeki fotoğraflarda Y-TZP seramiğin yüzeyinde yapıştırıcı simanın dağılımı görülmektedir. 10000X büyütmedeki fotoğraflarda ise Y-TZP seramiğin tanecikli küresel yapısı ve yapıştırıcı rezin simanın doldurucu yapıları izlenmektedir.



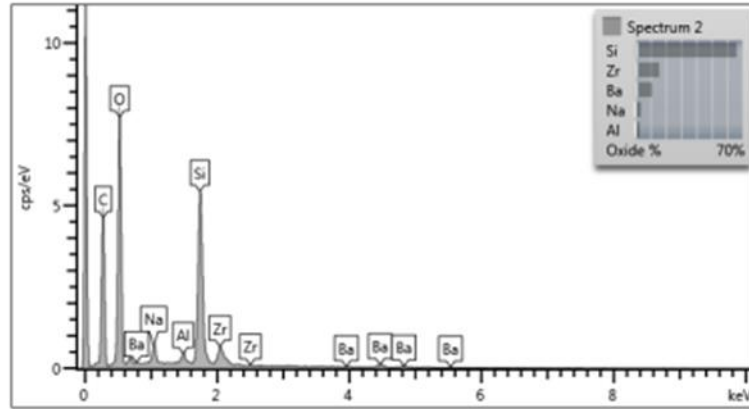
Resim 36: C grubunda P (a) ve R (b) simanlarına ilişkin 56X VE 10000X büyütmedeki ESEM görüntüleri (Zr:Zirkonya, S:Rezin siman).

C grubunda P ve R siman gruplarına ilişkin EDS analizi sonuçları:

P simanına ilişkin görüntüler,



Resim 37: P siman grubunda C yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 2).

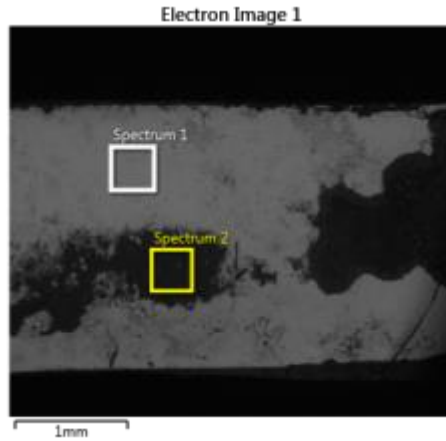


Grafik 4: P siman grubu C yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 2).

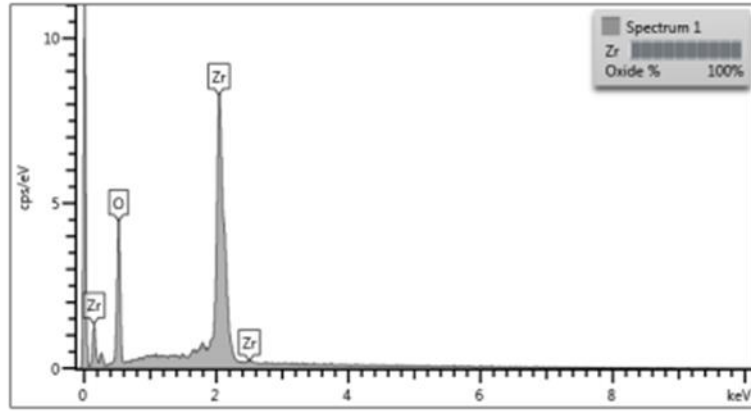
Element	Ağırlık (Wt)%	Atomik %
O	42.91	64.35
Na	2.90	3.02
Al	1.49	1.32
Si	30.98	26.47
Zr	11.74	3.09
Ba	9.99	1.74
Toplam:	100.00	100.00

Tablo 5: P siman grubu C yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 2).

Analizin yapıldığı alanın içeriği göz önünde bulundurulduğunda hem zirkonya hem de yapıştırıcı siman içeriği bulundu fakat ayırıcı elementlere bakıldığında (zirkonya için Zr, siman için Ba) zirkonya içeriğinin daha fazla olduğu görüldü. Bu bulgular ışığında bu bölgede karışık kırık tipinin görüldüğü sonucuna varıldı.



Resim 38: P siman grubunda C yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 1).



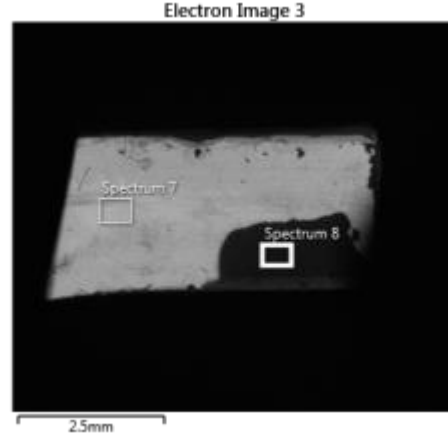
Grafik 5: P siman grubu C yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 1).

Element	Wt%	Atomik %
O	25.97	66.67
Zr	74.03	33.33
Toplam:	100.00	100.00

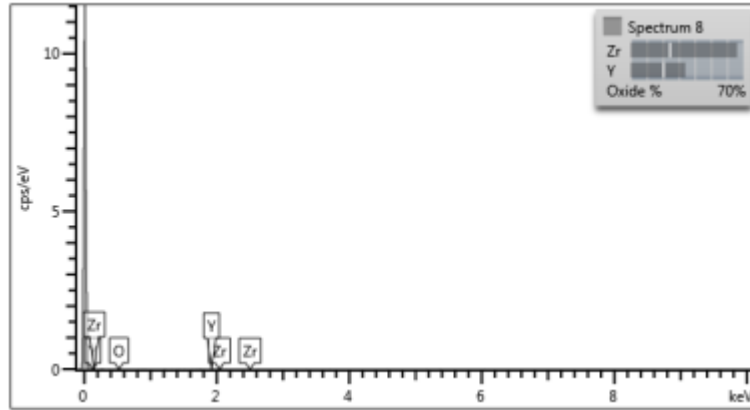
Tablo 6: P siman grubu C yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 1).

Analizin yapıldığı alandan elde edilen veriler bu alanda sadece zirkonya bulunduğunu göstermektedir. Bu bilginin ışığında bu bölgede adeziv kırık oluştuğu sonucuna varıldı.

R simanına ilişkin görüntüler,



Resim 39: R siman grubunda C yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 8).

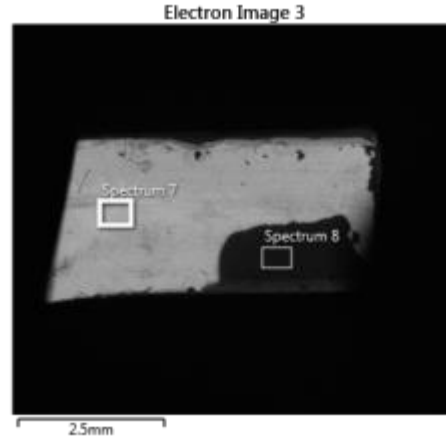


Grafik 6: R siman grubu C yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 8).

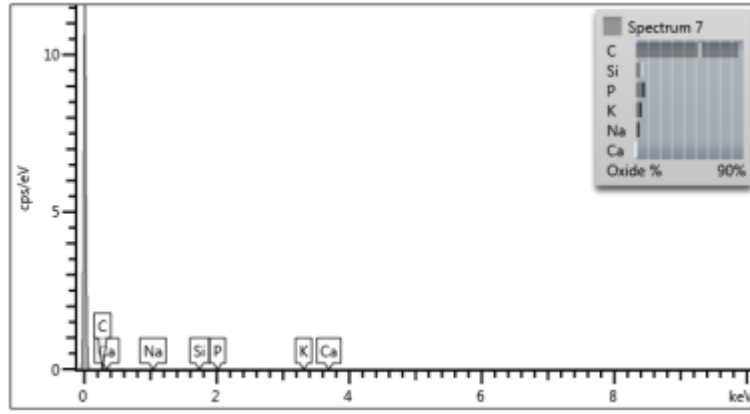
Element	Wt%	Atomik %	Oksit	Oksit %
O	24.37	64.55		
Y	26.70	12.73	Y ₂ O ₃	33.91
Zr	48.93	22.73	ZrO ₂	66.09
Toplam	100.00	100.00		100.00

Tablo 7: R siman grubu C yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 8).

Analizin yapıldığı alana ilişkin bulgular incelendiğinde içeriğin zirkonyaya ait olduğu görüldü.



Resim 40: R siman grubunda C yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 7).



Grafik 7: R siman grubu C yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 7).

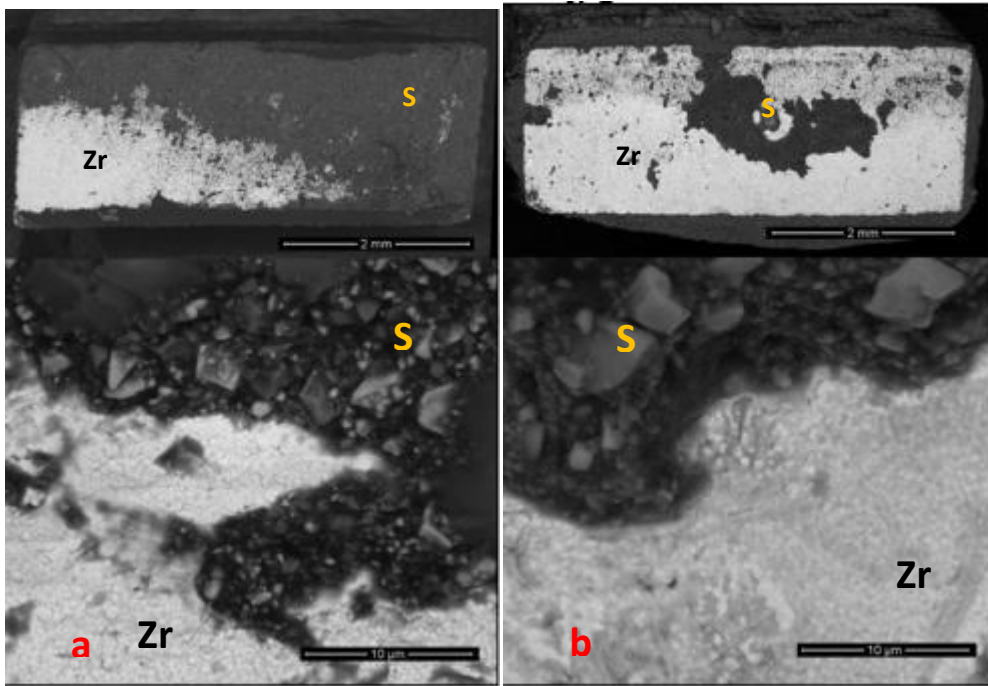
Element	Wt%	Atomik %	Oksit	Oksit %
C	23.36	29.90	CO ₂	85.58
O	69.12	66.43		
Na	0.03	0.02	Na ₂ O	0.05
Si	2.86	1.57	SiO ₂	6.12
P	2.47	1.22	P ₂ O ₅	5.65
K	2.16	0.85	K ₂ O	2.60
Ca	0.00	0.00	CaO	0.00
Toplam:	100.00	100.00		100.00

Tablo 8: R siman grubu C yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 7).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin yapıştırıcı simana ait olduğu görüldü. Bu bilgilere dayanarak oluşan kırığın adeziv ya da siman içinde koheziv kırık olabileceğine karar verildi.

3.3.2. Kuşlama Grubu (Sb)

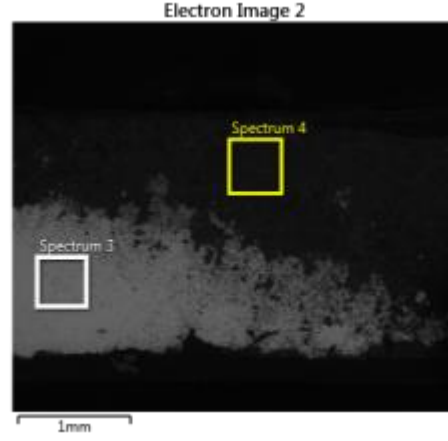
Kuşlama grubundaki P ve R siman gruplarına ait ESEM görüntülerinde, Al_2O_3 kumıyla pürüzlendirilmiş Y-TZP örneklerin kırık yüzeyleri 56X ve 10000X büyütmede görülmektedir. 56X büyütmedeki fotoğraflarda Y-TZP seramiğın yüzeyinde yapıştırıcı simanın dağılımı görülmektedir. 10000X büyütmedeki fotoğraflarda ise Y-TZP seramiğın tanecikli küresel yapısı ve yapıştırıcı resin simanın yapısı izlenmektedir.



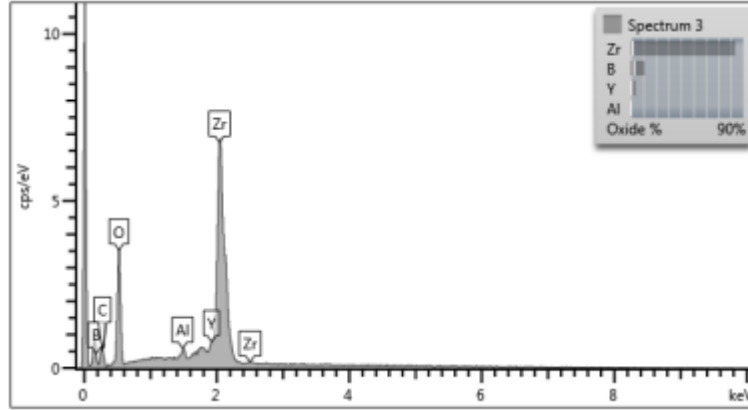
Resim 41: Sb grubunda P (a) ve R (b) simanlarına ilişkin 56X VE 10000X büyütmedeki ESEM görüntüleri (Zr: Zirkonya, S: Resin Siman).

Sb grubunda P ve R siman gruplarına ilişkin EDS analizi sonuçları:

P simanına ilişkin görüntüler,



Resim 42: P siman grubunda Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 3).

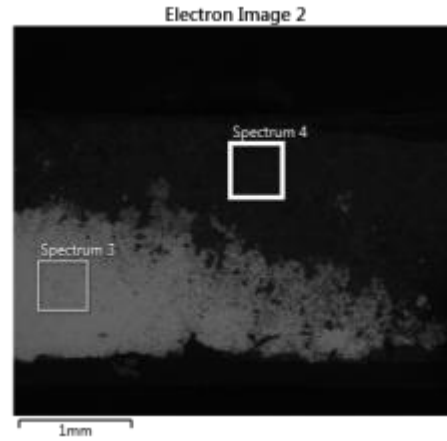


Grafik 8: P siman grubu Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 3).

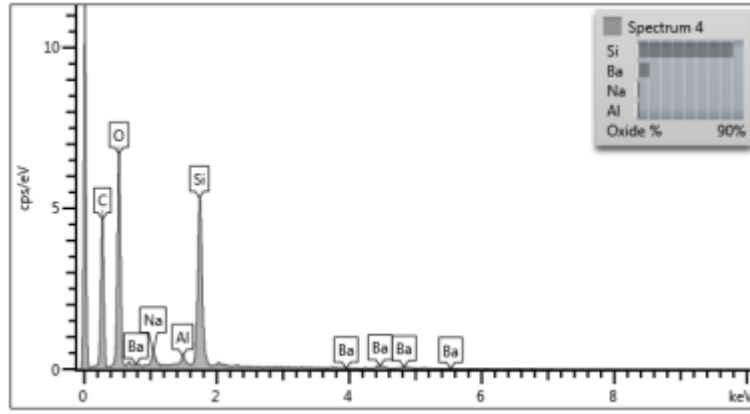
Element	Wt%	Atomik %
B	3.45	10.68
O	30.88	64.53
Al	0.79	0.98
Y	3.13	1.18
Zr	61.75	22.63
Toplam:	100.00	100.00

Tablo 9: P siman grubu Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 3).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin zirkonya ve yapıştırıcı simana ait olduğu fakat ayırıcı elementlere bakıldığında (zirkonya için Y ve Zr, siman için B) ağırlıklı içeriğin zirkonyaya ait olduğu görüldü. Bu bilgiler ışığında karışık tipte kırık oluştuğu belirlendi.



Resim 43: P siman grubunda Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 4).



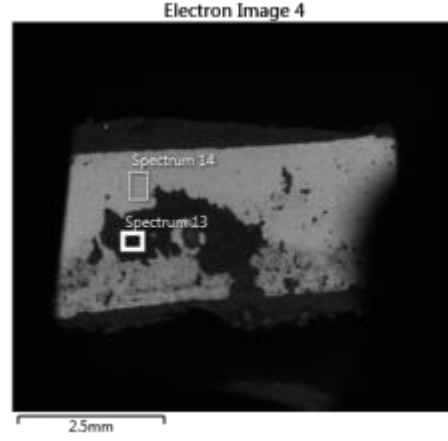
Grafik 9: P siman grubu Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 4).

Element	Wt%	Atomik %
O	47.16	64.66
Na	2.58	2.46
Al	1.69	1.38
Si	38.23	29.86
Ba	10.35	1.65
Toplam:	100.00	100.00

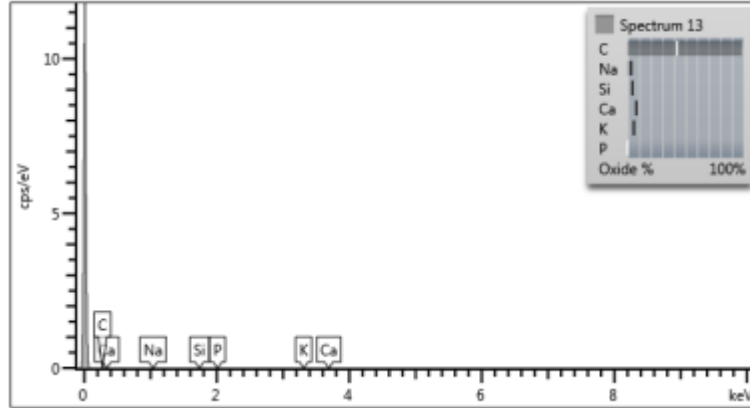
Tablo 10: P siman grubu Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 4).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde zirkonya ve siman içeriğinde ortak olan elementler (Na, Si, O) bulunduğu halde zirkonyaya ait baskın elementlerin (Zr, Y) bulunmaması bu bulguların yapııştırıcı simana (Ba) ait olduğunu göstermiştir. Bu bilgiler ışığında oluşan kırığın siman içinde koheziv ya da adeziv kırık olduğu belirlendi.

R simanına ilişkin görüntüler,



Resim 44: R siman grubunda Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 13).

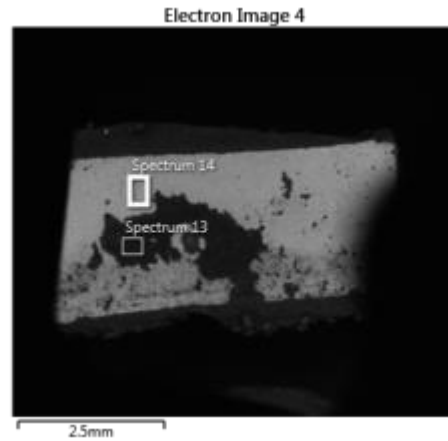


Grafik 10: R siman grubu Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analiz yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 13).

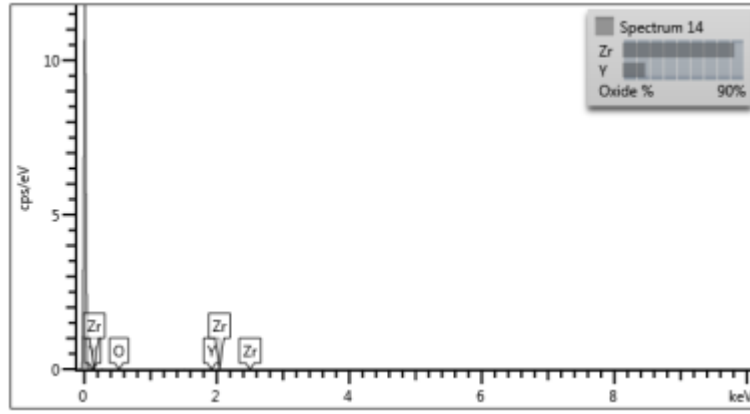
Element	Wt%	Atomik %	Oksit	Oksit %
C	26.91	33.00	CO2	98.60
O	72.06	66.35		
Na	0.98	0.63	Na2O	1.32
Si	0.02	0.01	SiO2	0.04
P	0.00	0.00	P2O5	0.00
K	0.01	0.00	K2O	0.01
Ca	0.02	0.01	CaO	0.02
Toplam:	100.00	100.00		100.00

Tablo 11: R siman grubu Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 13).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin yapıştırıcı simana ait olduğu görüldü. Bu bilgiler ışığında bu bölgede meydana gelen kırığın siman içinde koheziv ya da adeziv kırık olduğu belirlendi.



Resim 45: R siman grubunda Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 14).



Grafik 11: R siman grubu Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 14).

Element	Wt%	Atomik %	Oksit	Oksit %
O	25.18	65.63		
Y	13.22	6.20	Y ₂ O ₃	16.79
Zr	61.60	28.16	ZrO ₂	83.21
Toplam:	100.00	100.00		100.00

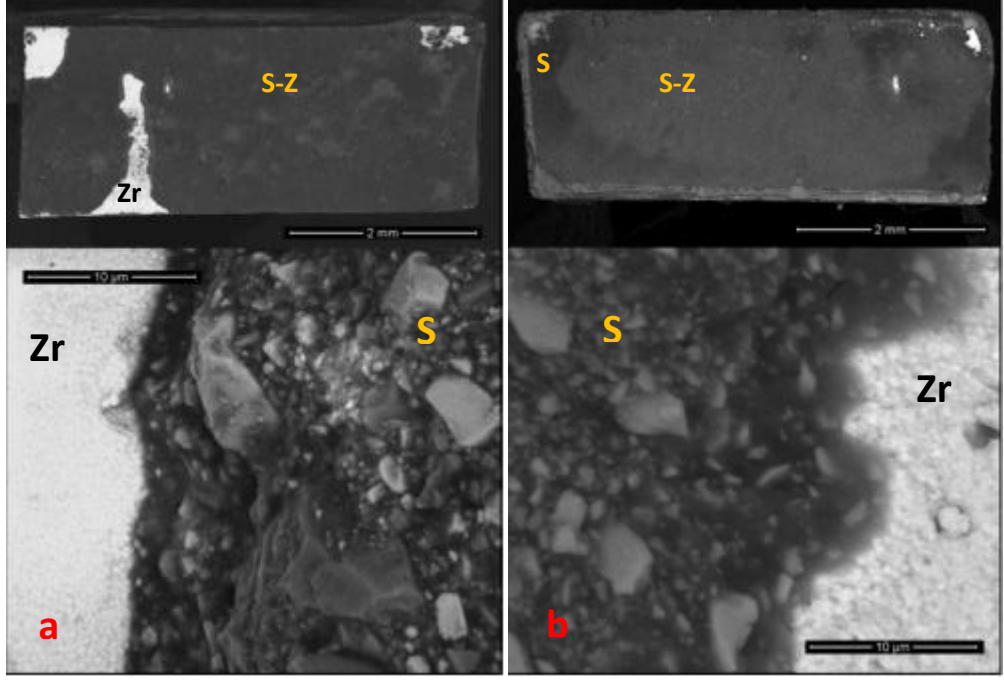
Tablo 12: R siman grubu Sb yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 14).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin zirkonyaya ait olduğu belirlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın adeziv kırık olduğu belirlendi.

3.3.3. Zirkonya Primer Grubu (Z)

Zirkonya primer grubundaki P ve R siman gruplarına ait ESEM görüntülerinde, zirkonya primer uygulanmış Y-TZP örneklerin kırık yüzeyi 56X ve 10000X büyütmede görülmektedir. 56X büyütmedeki fotoğraflarda Y-TZP seramiğin yüzeyinde yapıştırıcı simanın ve zirkonya primerin dağılımı görülmektedir. 10000X büyütmedeki fotoğraflarda ise

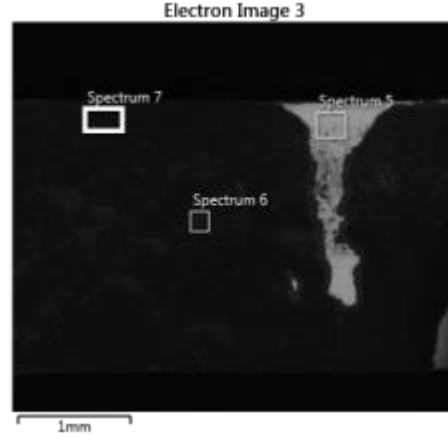
Y-TZP seramiğin tanecikli küresel yapısı, zirkonya primerin ve yapıştırıcı rezin simanın yapısı izlenmektedir.



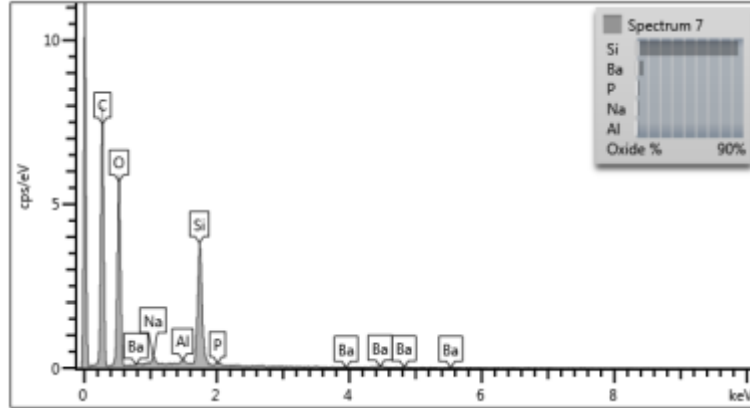
Resim 46: Z grubunda P (a) ve R (b) simanlarına ilişkin 58X VE 10000X büyütmedeki ESEM görüntüleri (Zr: Zirkonya, S: Rezin siman, Z: Zirkonya primeri).

Z grubunda P ve R siman gruplarına ilişkin EDS analizi sonuçları:

P simanına ilişkin görüntüler,



Resim 47: P siman grubunda Z yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 7).

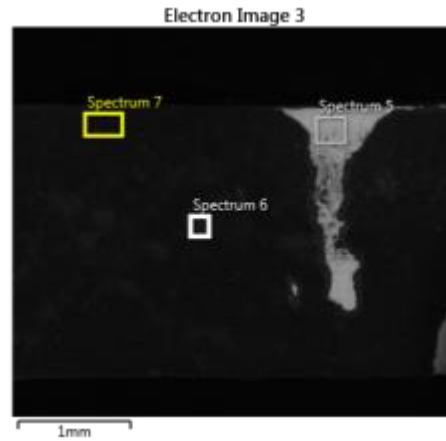


Grafik 12: P siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 7).

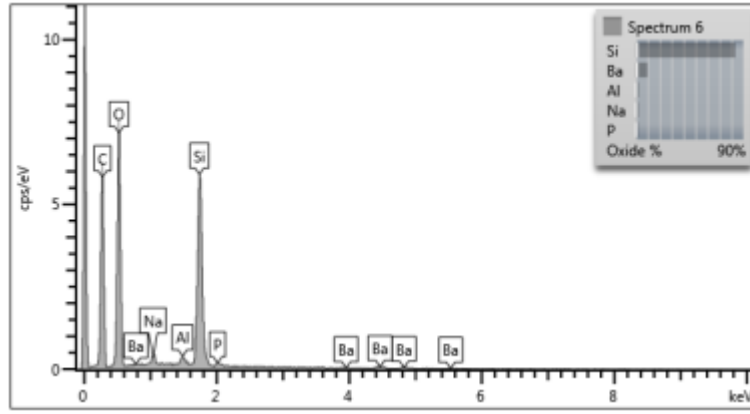
Element	Wt%	Atomik %
O	49.76	65.49
Na	1.96	1.79
Al	1.11	0.86
Si	40.05	30.03
P	1.39	0.95
Ba	5.73	0.88
Toplam:	100.00	100.00

Tablo 13: P siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 7).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin yapıştırıcı simana ait olduğu belirlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın siman içinde koheziv ya da siman ile primer arasında adeziv kırık olabileceği belirlendi.



Resim 48: P siman grubunda Z yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 6).

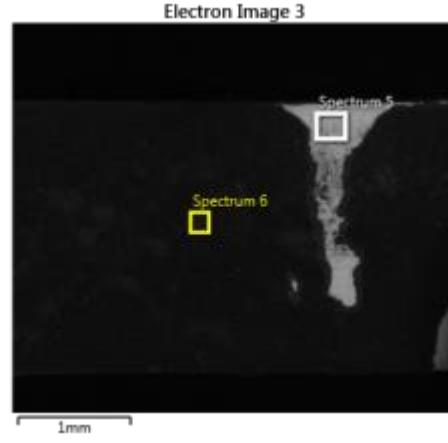


Grafik 13: P siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 6).

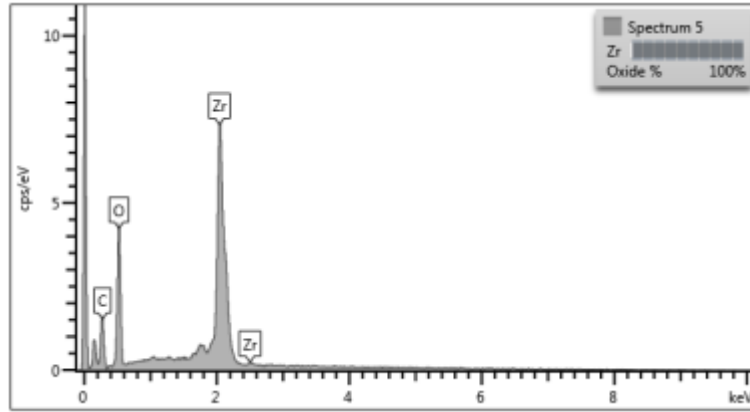
Element	Wt%	Atomik %
O	48.36	65.33
Na	1.72	1.62
Al	1.32	1.06
Si	38.97	29.99
P	0.91	0.64
Ba	8.72	1.37
Toplam:	100.00	100.00

Tablo 14: P siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 6).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin yapıştırıcı simana ait olduğu belirlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın siman içinde koheziv ya da siman ile primer arasında adeziv kırık olabileceği belirlendi.



Resim 49: P siman grubunda Z yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 5).



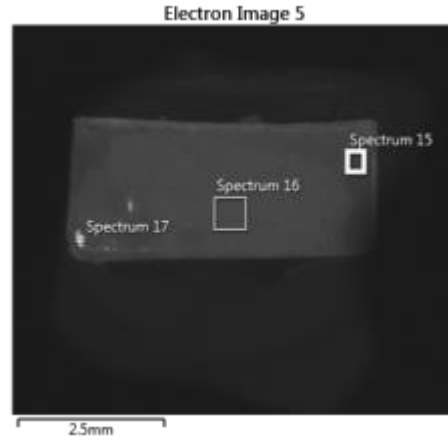
Grafik 14: P siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 5).

Element	Wt%	Atomik %
O	25.97	66.67
Zr	74.03	33.33
Toplam:	100.00	100.00

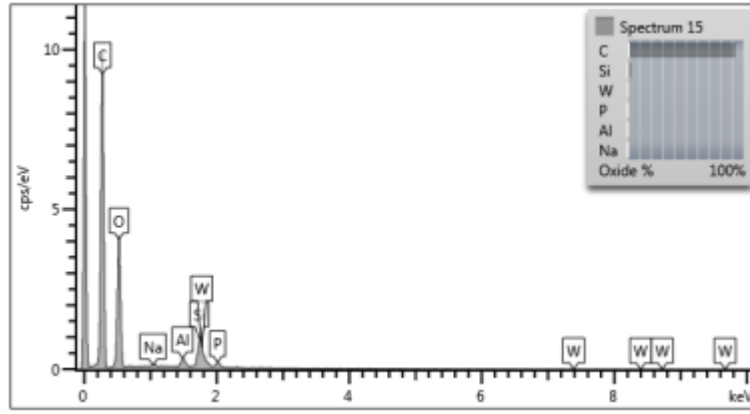
Tablo 15: P siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 5).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin zirkonyaya ait olduğu belirlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın primer ile zirkonya arasında adeziv kırık olabileceği belirlendi.

R simanına ilişkin görüntüler,



Resim 50: R siman grubunda Z yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 15).

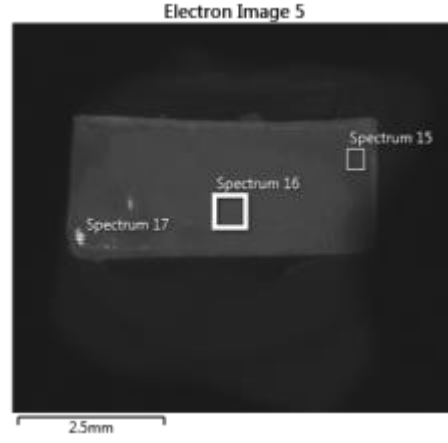


Grafik 15: R siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 15).

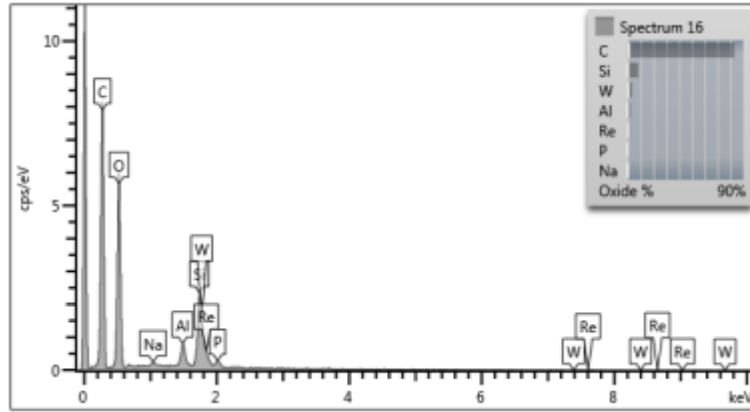
Element	Wt%	Atomik %	Oksit	Oksit %
C	25.40	31.88	CO ₂	93.07
O	70.74	66.65		
Na	0.13	0.09	Na ₂ O	0.18
Al	0.52	0.29	Al ₂ O ₃	0.98
Si	1.45	0.78	SiO ₂	3.10
P	0.44	0.21	P ₂ O ₅	1.00
W	1.32	0.11	WO ₃	1.67
Toplam:	100.00	100.00		100.00

Tablo 16: R siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 15).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin yapıştırıcı simana ait olduğu belirlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın siman içinde koheziv ya da siman ile primer arasında adeziv kırık olabileceği belirlendi.



Resim 51: R siman grubunda Z yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 16).

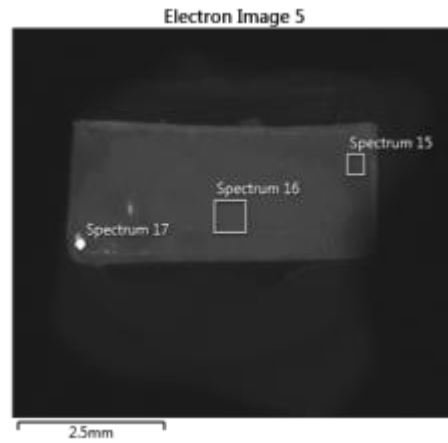


Grafik 16: R siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analiz yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 16).

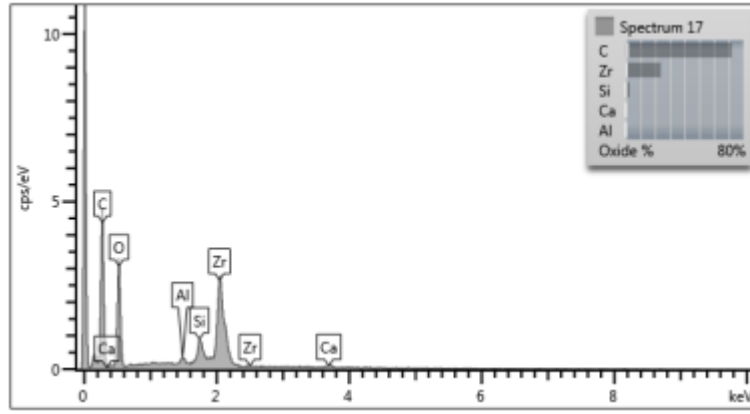
Element	Wt%	Atomik %	Oksit	Oksit %
C	22.63	29.73	CO ₂	82.91
O	67.60	66.67		
Na	0.17	0.12	Na ₂ O	0.23
Al	1.19	0.69	Al ₂ O ₃	2.24
Si	3.86	2.17	SiO ₂	8.27
P	0.54	0.28	P ₂ O ₅	1.25
W	2.66	0.23	WO ₃	3.35
Re	1.35	0.11	Re ₂ O ₇	1.76
Toplam:	100.00	100.00		100.00

Tablo 17: R siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 16).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin yapıştırıcı simana ya da primere ait olabileceği belirlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın siman içinde koheziv, siman ile primer arasında adeziv ya da karışık kırık olabileceği belirlendi.



Resim 52: R siman grubunda Z yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 17).



Grafik 17: R siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 17).

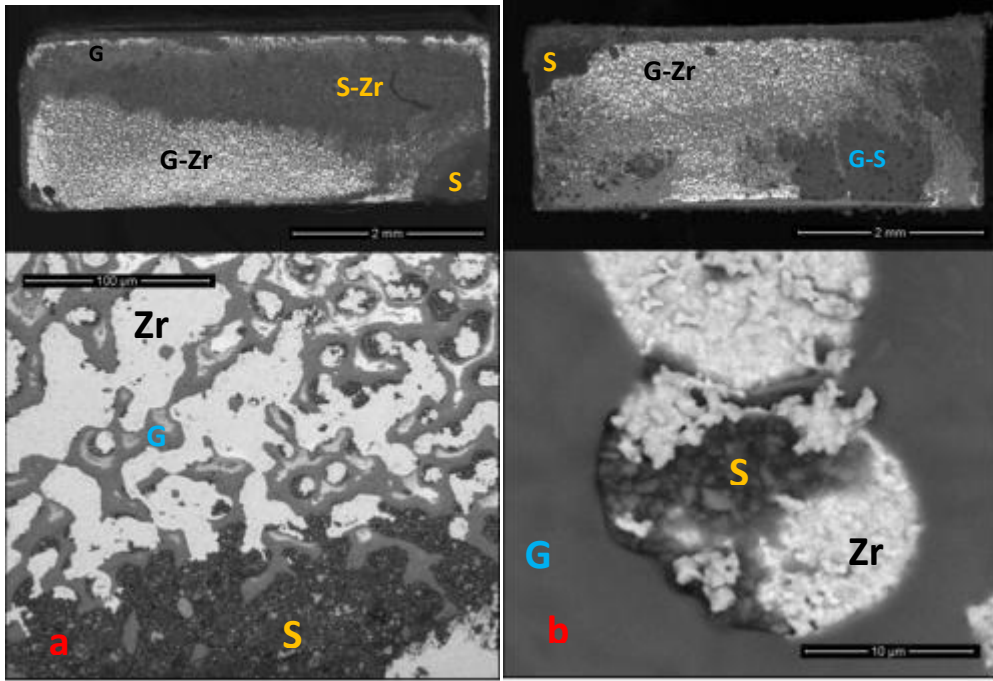
Element	Wt%	Atomik %	Oksit	Oksit %
C	19.68	28.80	CO ₂	72.09
O	60.56	66.54		
Al	0.39	0.26	Al ₂ O ₃	0.74
Si	1.23	0.77	SiO ₂	2.63
Ca	0.55	0.24	CaO	0.77
Zr	17.60	3.39	ZrO ₂	23.77
Toplam:	100.00	100.00		100.00

Tablo 18: R siman grubu Z yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 17).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin yapıştırıcı simana, zirkonyaya ve primere ait olabileceği belirlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın karışık kırık olabileceği sonucuna varıldı.

3.3.4. Glazür + HF Grubu (GHF)

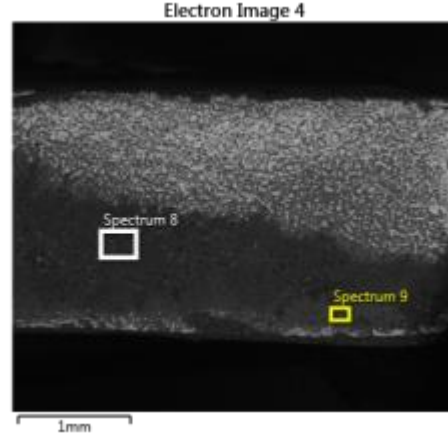
Glazür + HF grubundaki P ve R siman gruplarına ait ESEM görüntülerinde, glazür uygulaması sonrası HF ile dağlanmış Y-TZP örneklerin kırık yüzeyi 56X ve 10000X büyütmede görülmektedir. 56X büyütmedeki fotoğraflarda Y-TZP seramiğin yüzeyinde yapıştırıcı simanın ve dağlanmış glazür tabakasının dağılımı görülmektedir. 10000X büyütmedeki fotoğraflarda ise Y-TZP seramiğin tanecikli küresel yapısı, dağlanmış glazür tabakasının ve yapıştırıcı rezin simanın yapısı izlenmektedir.



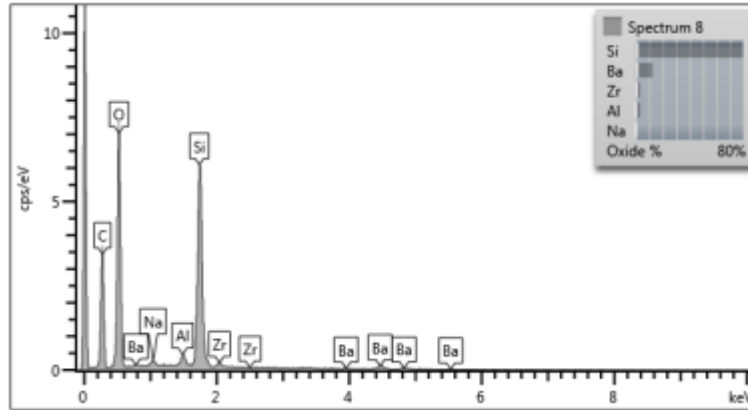
Resim 53: GHF grubunda P (a) ve R (b) simanlarına ait 56X VE 10000X büyütmedeki ESEM görüntüleri (Zr: Zirkonya, S: Resin siman, G: Glazür tabakası).

GHF grubunda P ve R siman gruplarına ait EDS analizi sonuçları:

P simanına ilişkin görüntüler,



Resim 54: P siman grubunda GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 8).

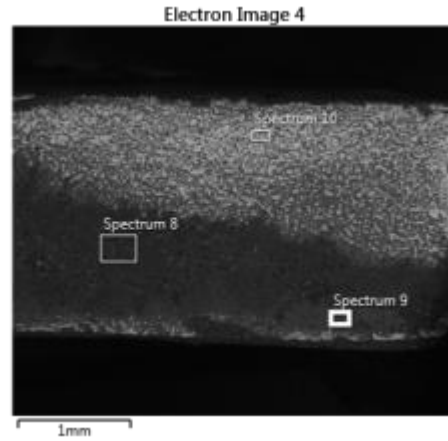


Grafik 18: P siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 8).

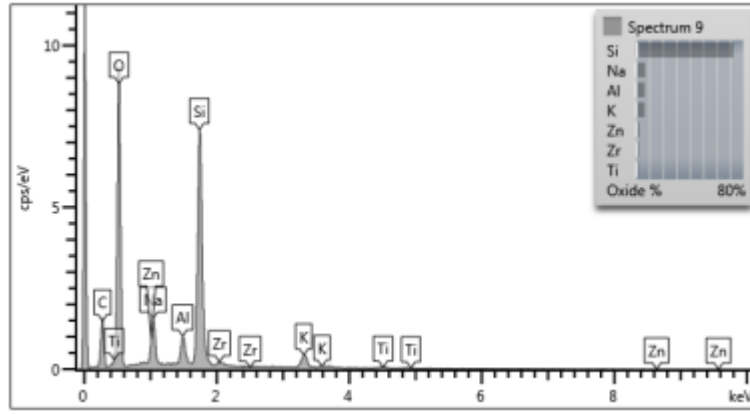
Element	Wt%	Atomik %
O	46.50	65.45
Na	0.74	0.73
Al	1.75	1.46
Si	37.30	29.91
Zr	2.52	0.62
Ba	11.19	1.84
Toplam:	100.00	100.00

Tablo 19: P siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 8).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin yapıştırıcı simana ve zirkonyaya ait olduğu belirlendi. Ayırıcı elementlerin miktarına bakıldığında (zirkonya için Zr, siman için Ba) siman içeriğinin daha fazla olduğu gözlemlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın karışık kırık olduğu belirlendi.



Resim 55: P siman grubunda GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 9).

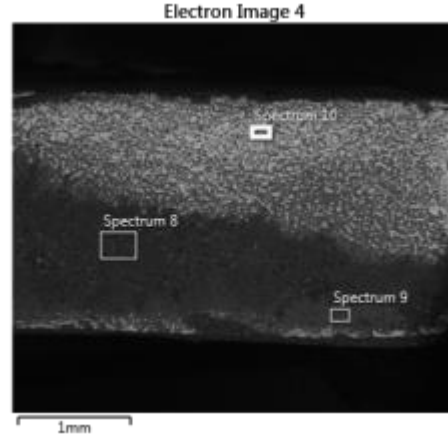


Grafik 19: P siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analiz yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 9).

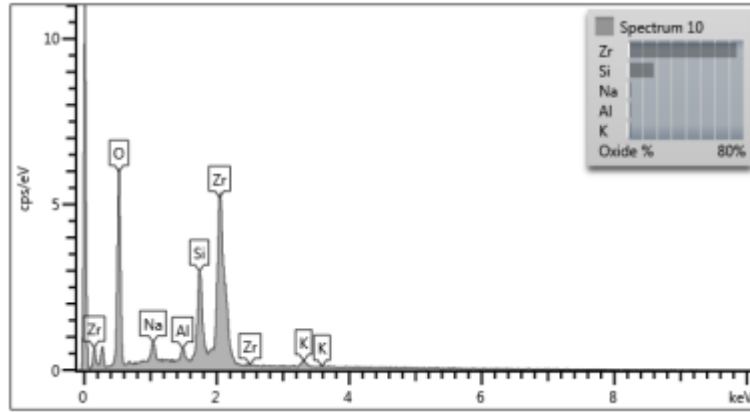
Element	Wt%	Atomik %
O	46.70	62.06
Na	5.22	4.82
Al	3.54	2.79
Si	33.99	25.73
K	5.53	3.01
Ti	1.10	0.49
Zn	2.10	0.68
Zr	1.82	0.42
Toplam:	100.00	100.00

Tablo 20: P siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analiz yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 9).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin glazür tabakasına ve zirkonyaya ait olduğu belirlendi. Ayırıcı elementler incelendiğinde (glazür tabakası için K, zirkonya için Zr) glazür tabakasının yoğunlukta olduğu gözlemlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın karışık kırık olduğu belirlendi.



Resim 56: P siman grubunda GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 10).



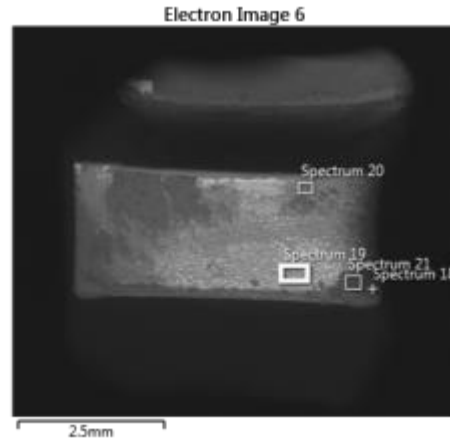
Grafik 20: P siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analiz yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 10).

Element	Wt%	Atomik %
O	31.16	64.44
Na	1.74	2.50
Al	1.21	1.48
Si	8.40	9.89
K	1.74	1.47
Zr	55.75	20.22
Toplam:	100.00	100.00

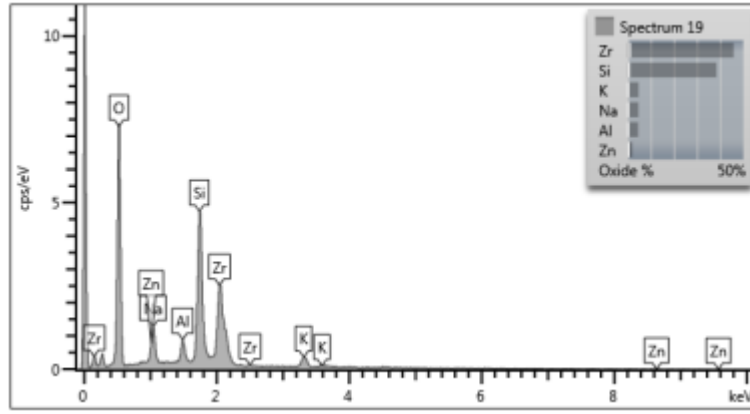
Tablo 21: P siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 10).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin zirkonyaya ve glazür tabakasına ait olduğu belirlendi. Ayırıcı elementlere bakıldığında (glazür tabakası için K, zirkonya için Zr) zirkonyanın yoğunluk gösterdiği gözlemlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın karışık kırık olduğu belirlendi.

R simanına ilişkin görüntüler,



Resim 57: R siman grubunda GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 19).

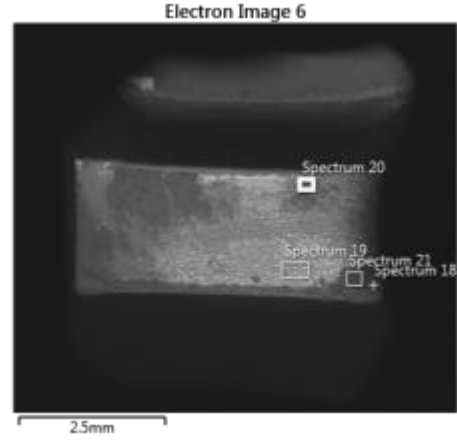


Grafik 21: R siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 19).

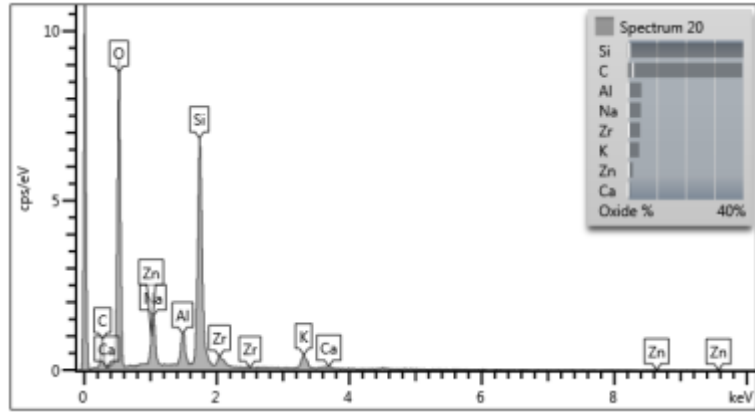
Element	Wt%	Atomik %	Oksit	Oksit %
O	36.83	62.65		
Na	3.45	4.09	Na ₂ O	4.66
Al	2.37	2.39	Al ₂ O ₃	4.48
Si	17.94	17.38	SiO ₂	38.37
K	3.88	2.70	K ₂ O	4.68
Zn	1.61	0.67	ZnO	2.00
Zr	33.92	10.12	ZrO ₂	45.82
Toplam:	100.00	100.00		100.00

Tablo 22: R siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 19).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin zirkonyaya ve glazür tabakasına ait olduğu belirlendi. Ayırıcı elementlere bakıldığında (glazür tabakası için K, zirkonya için Zr) zirkonyanın yoğunluk gösterdiği gözlemlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın karışık kırık olduğu sonucuna varıldı.



Resim 58: R siman grubunda GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 20).

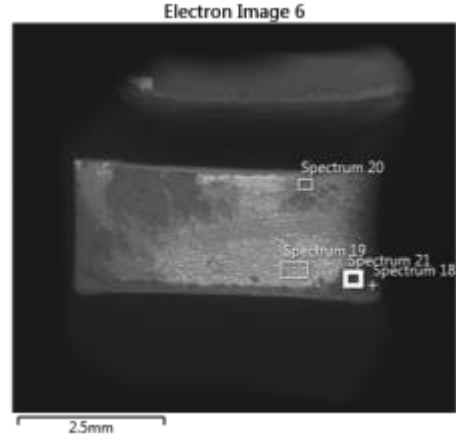


Grafik 22: R siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 20).

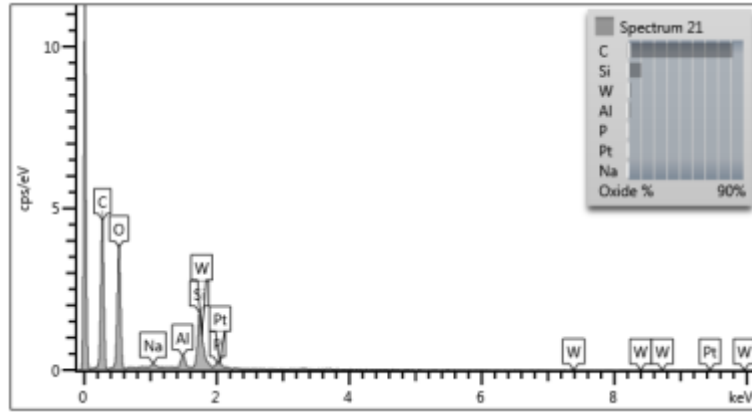
Element	Wt%	Atomik %	Oksit	Oksit %
C	10.83	16.50	CO ₂	39.68
O	55.99	64.03		
Na	3.41	2.71	Na ₂ O	4.59
Al	2.53	1.72	Al ₂ O ₃	4.79
Si	18.70	12.18	SiO ₂	39.99
K	3.28	1.54	K ₂ O	3.96
Ca	0.65	0.30	CaO	0.91
Zn	1.42	0.40	ZnO	1.77
Zr	3.19	0.64	ZrO ₂	4.31
Toplam:	100.00	100.00		100.00

Tablo 23: R siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 20).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin zirkonyaya, yapıştırıcı simana ve glazür tabakasına ait olduğu belirlendi. Ayırıcı elementlere bakıldığında (glazür tabakası için K, zirkonya için Zr ve siman için C) simanın yoğunluk gösterdiği gözlemlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın karışık kırık olduğu belirlendi.



Resim 59: R siman grubunda GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 21).



Grafik 23: R siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analiz yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 21).

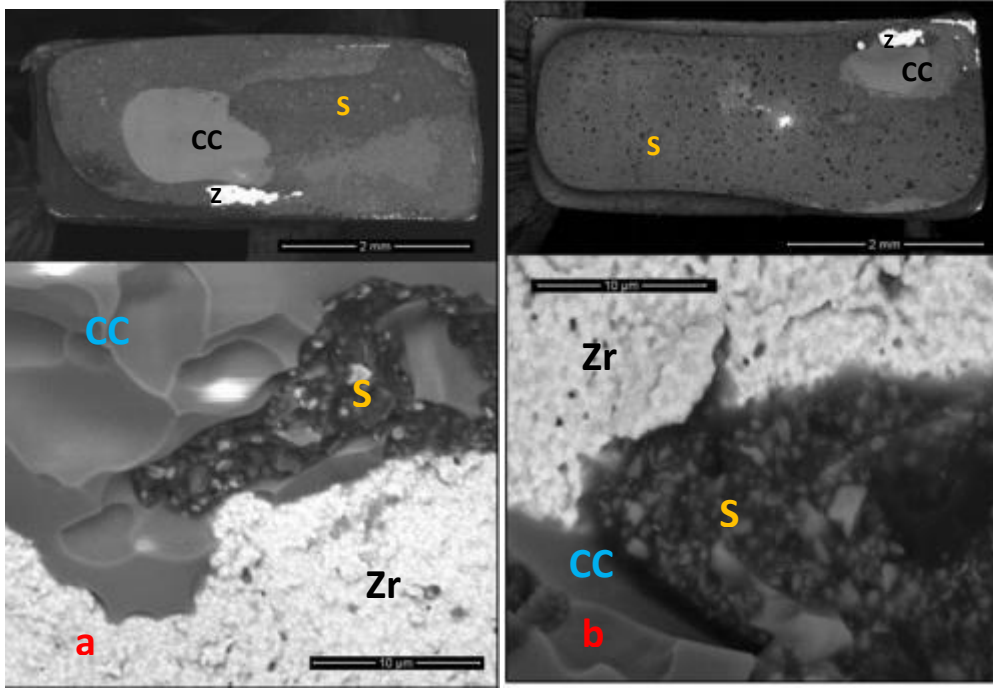
Element	Wt%	Atomik %	Oksit	Oksit %
C	22.30	29.22	CO ₂	81.72
O	67.66	66.55		
Na	0.33	0.23	Na ₂ O	0.45
Al	1.13	0.66	Al ₂ O ₃	2.13
Si	4.97	2.78	SiO ₂	10.63
P	0.61	0.31	P ₂ O ₅	1.39
W	1.91	0.16	WO ₃	2.41
Pt	1.10	0.09	PtO ₂	1.28
Toplam:	100.00	100.00		100.00

Tablo 24: R siman grubu GHF yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 21).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin yapıştırıcı simana ait olduğu belirlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın siman içinde koheziv ya da siman ile glazür tabakası arasında adeziv kırık olabileceği belirlendi.

3.3.5. Arayüz Cam Seramiği Grubu (Crystall.Connect®) (CC)

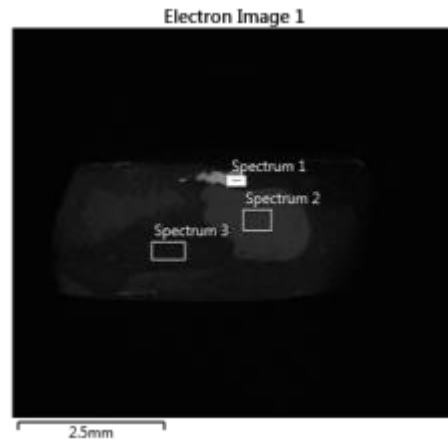
Crystall.Connect grubundaki P ve R siman gruplarına ait ESEM görüntülerinde, Crystall.Connect uygulaması sonrası HF ile dağlanmış Y-TZP örneklerin kırık yüzeyi 56X ve 10000X büyütmede görülmektedir. 56X büyütmedeki fotoğraflarda Y-TZP seramiğin yüzeyinde yapıştırıcı simanın ve dağlanmış düşük ısı seramiği tabakasının dağılımı görülmektedir. 10000X büyütmedeki fotoğraflarda ise Y-TZP seramiğin tanecikli küresel yapısı, dağlanmış düşük ısı seramiği ve yapıştırıcı resin simanın yapısı izlenmektedir.



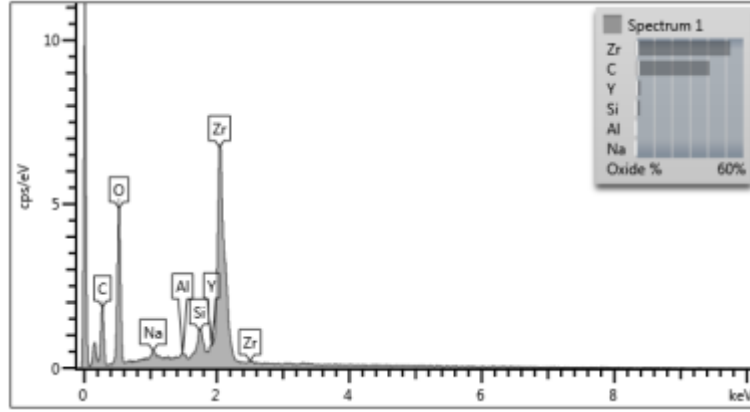
Resim 60: CC grubunda P ve R simanlarına ilişkin 58X VE 10000X büyütmedeki ESEM görüntüleri (Zr: Zirkonya, S: Rezin Siman, CC: cam seramik tabakası).

CC grubunda P ve R siman gruplarına ilişkin EDS analizi sonuçları:

P simanına ilişkin görüntüler,



Resim 61: P siman grubunda CC yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 1).

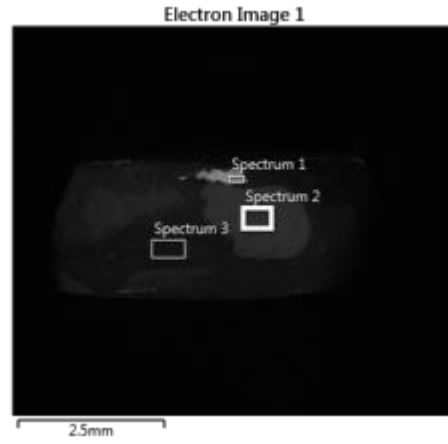


Grafik 24: P siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 1).

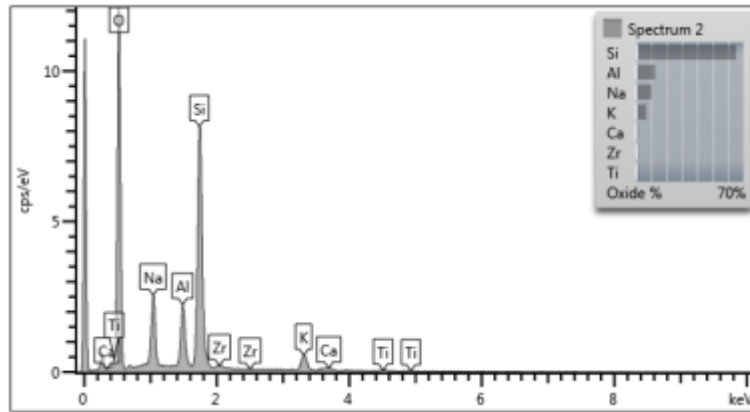
Element	Wt%	Atomik %	Oksit	Oksit %
C	11.26	21.69	CO ₂	41.24
O	45.89	66.37		
Na	0.34	0.34	Na ₂ O	0.46
Al	0.26	0.23	Al ₂ O ₃	0.50
Si	1.13	0.93	SiO ₂	2.42
Y	2.10	0.55	Y ₂ O ₃	2.66
Zr	39.02	9.90	ZrO ₂	52.71
Toplam:	100.00	100.00		100.00

Tablo 25: P siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 1).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin zirkonyaya ve yapıştırıcı simana ait olduğu belirlendi. Ayırıcı elementlere bakıldığında (yapıştırıcı siman için C, zirkonya için Zr ve Y) zirkonyanın yoğunluk gösterdiği gözlemlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın karışık kırık olduğu belirlendi.



Resim 62: P siman grubunda CC yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 2).

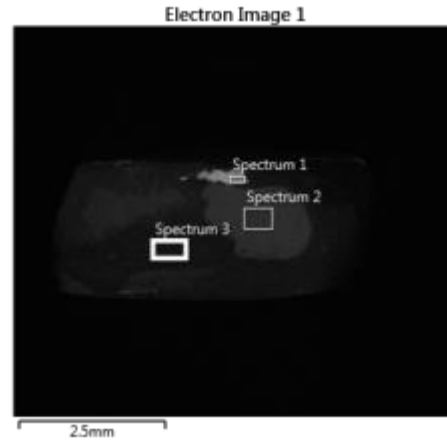


Grafik 25: P siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analiz yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 2).

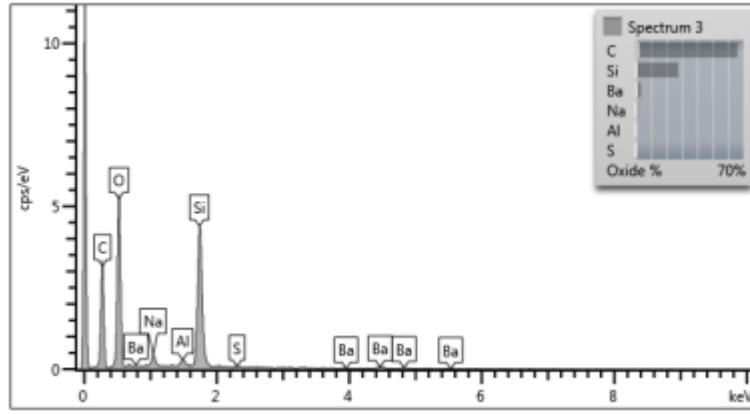
Element	Wt%	Atomic %	Oxide	Oxide %
O	46.06	60.57		
Na	7.57	6.93	Na ₂ O	10.20
Al	6.68	5.21	Al ₂ O ₃	12.62
Si	30.47	22.83	SiO ₂	65.19
K	5.77	3.10	K ₂ O	6.95
Ca	1.23	0.64	CaO	1.72
Ti	0.99	0.43	TiO ₂	1.65
Zr	1.24	0.29	ZrO ₂	1.67
Total:	100.00	100.00		100.00

Tablo 26: P siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 2).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin zirkonyaya ve düşük ısı seramiğine ait olduğu belirlendi. Ayırıcı elementlere bakıldığında (düşük ısı seramiği için K, zirkonya için Zr) düşük ısı seramiğininin yoğunluk gösterdiği gözlemlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın karışık kırık olduğu sonucuna varıldı.



Resim 63: P siman grubunda CC yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 3).



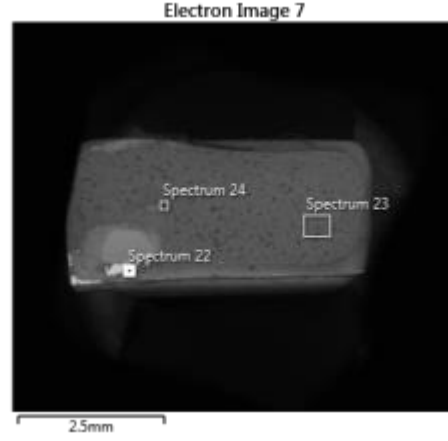
Grafik 26: P siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 3).

Element	Wt%	Atomik %	Oksit	Oksit %
C	18.08	24.78	CO ₂	66.26
O	64.35	66.19		
Na	0.95	0.68	Na ₂ O	1.27
Al	0.51	0.31	Al ₂ O ₃	0.96
Si	12.94	7.58	SiO ₂	27.68
S	0.20	0.10	SO ₃	0.51
Ba	2.97	0.36	BaO	3.32
Toplam:	100.00	100.00		100.00

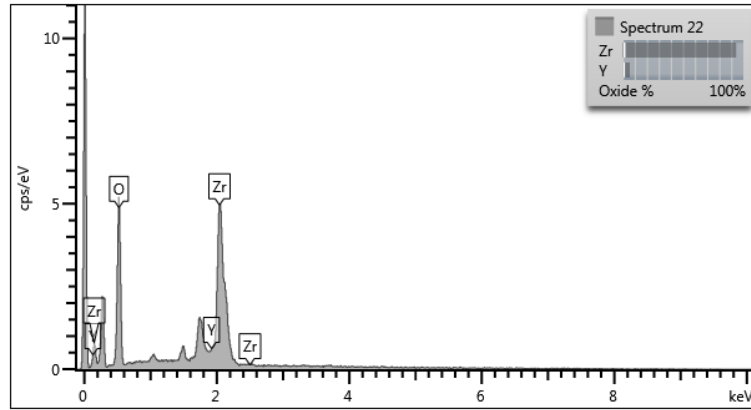
Tablo 27: P siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 3).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin yapıştırıcı simana ait olduğu belirlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın siman içinde koheziv ya da siman ile düşük ısı seramiği arasında adeziv olabileceği sonucuna varıldı.

R simanına ilişkin görüntüler,



Resim 64: R siman grubunda CC yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 22).

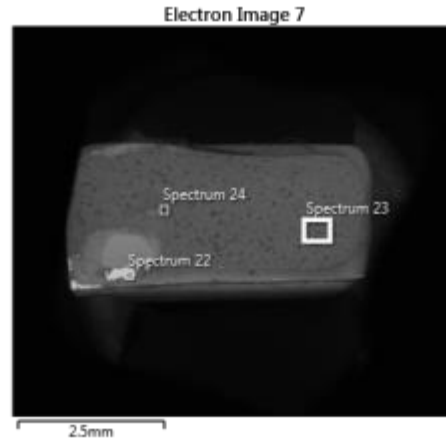


Grafik 27: R siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 22).

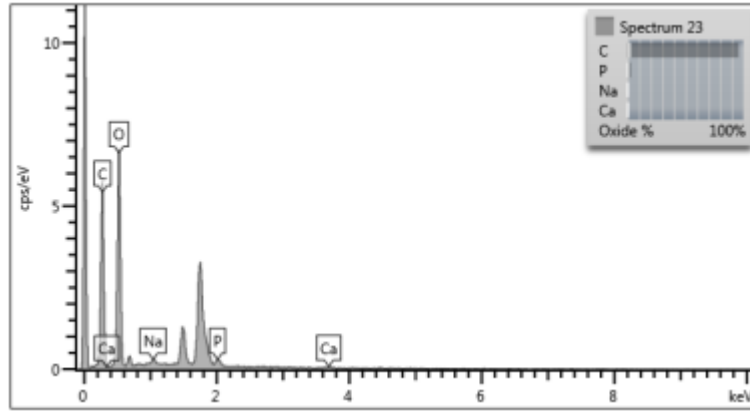
Element	Wt%	Atomik %	Oksit	Oksit %
O	25.69	66.30		
Y	4.71	2.19	Y ₂ O ₃	5.98
Zr	69.60	31.51	ZrO ₂	94.02
Toplam:	100.00	100.00		100.00

Tablo 28: R siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 22).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin zirkonyaya ait olduğu belirlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın adeziv kırık olduğu belirlendi.



Resim 65: R siman grubunda CC yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 23).

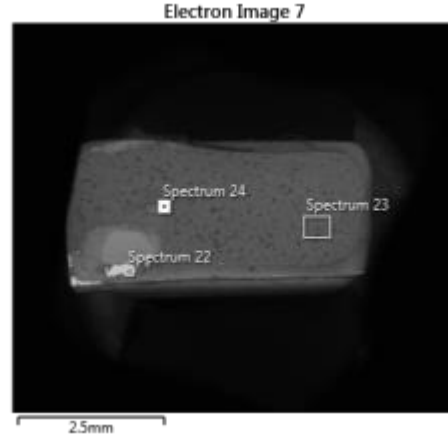


Grafik 28: R siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 23).

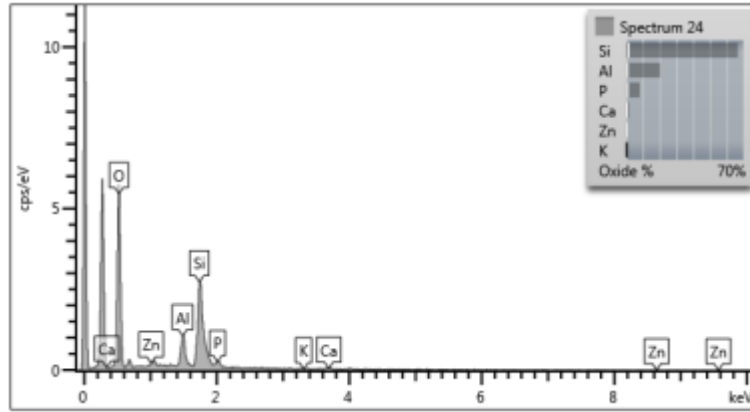
Element	Wt%	Atomik %	Oksit	Oksit %
C	26.17	32.37	CO ₂	95.87
O	71.65	66.54		
Na	0.55	0.36	Na ₂ O	0.74
P	1.24	0.59	P ₂ O ₅	2.84
Ca	0.39	0.14	CaO	0.55
Toplam:	100.00	100.00		100.00

Tablo 29: R siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 23).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin yapıştırıcı simana ait olduğu belirlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın siman içinde koheziv ya da siman ile düşük ısı seramiği arasında adeziv kırık olabileceği sonucuna varıldı.



Resim 66: R siman grubunda CC yüzey hazırlık işlemi alt grubuna ilişkin EDS analizinin hangi bölgeye uygulandığını gösteren fotoğraf (spektrum 24).



Grafik 29: R siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki element yoğunluğu (spektrum 24).

Element	Wt%	Atomik %	Oksit	Oksit %
O	50.90	65.16		
Al	10.84	8.23	Al ₂ O ₃	20.49
Si	31.20	22.75	SiO ₂	66.74
P	3.58	2.37	P ₂ O ₅	8.20
K	0.35	0.18	K ₂ O	0.42
Ca	1.66	0.85	CaO	2.32
Zn	1.46	0.46	ZnO	1.82
Toplam:	100.00	100.00		100.00

Tablo 30: R siman grubu CC yüzey hazırlık işlemi alt grubunda analizin yapıldığı bölgedeki elementlerin yüzdesel dağılımları (spektrum 24).

Analizin yapıldığı alana ait bulgular incelendiğinde içeriğin düşük ısı seramiğine ait olduğu belirlendi. Bu bilgiler ışığında bu bölgede oluşan kırığın adeziv kırık olduğu sonucuna varıldı.

BÖLÜM IV

TARTIŞMA

Günümüzde zirkonya alt yapılı seramik restorasyonların adeziv simantasyondaki başarısını ve bağ dayanımını arttırmak için çok sayıda çalışma yapılmakta; zirkonyanın yüzeyini pürüzlendirmek ve simana bağlanmasını arttırmak için çok sayıda yöntem ve malzeme denenmektedir. Bu çalışmada da zirkonya alt yapılı sabit protezlerin simantasyon başarısını arttırmak amacı ile hazırlanan zirkonya örneklerine simantasyon öncesi yüzey hazırlık işlemleri uygulandı ve sonuçları karşılaştırıldı.

Yüzey hazırlık işlemlerinin zirkonya-rezin bağ dayanımına etkisini inceleyen in vitro çalışmalarda makaslama, mikro makaslama, mikro çekme, eğme testleri gibi çeşitli mekanik test yöntemleri kullanılmaktadır. Yapışan (adherent) ve yapıştırılan (substrat) yüzeyler arasındaki bağ dayanım değerlerini ölçen testlerde; uygulanan test yönteminden bağımsız olarak bağlanma ara yüzünün en çok strese maruz kalan alan olması gerektiği belirtilmektedir (190). Stres dağılımı analizinin yapıldığı pek çok çalışmada bazı bağ dayanım testlerinin ara yüzde uygun bir stress alanı oluşturmadığı rapor edilmiştir (190). Örneğin makaslama testlerinin, bağlanma bölgesinde homojen olmayan stres dağılımı meydana getirdiği için sonuçların yanlış ya da yetersiz değerlendirilmesine yol açabildiği belirtilmektedir (190). Makaslama testlerinde kırık, adeziv alanda değil sıklıkla aderentlerden birinde başlamaktadır ve malzemelerdeki eğilme engellenememektedir (190).

Dental seramikler gibi kırılğan materyaller çekme kuvvetlerine karşı basma kuvvetlerinden daha zayıftır (13). Bu nedenle kırılğan materyalleri değerlendirmek söz konusu olduğunda çekme dayanımının değerlendirilmesinin daha anlamlı olduğu belirtilmektedir (96). Ancak geleneksel çekme testlerinde, örnek hazırlama güçlüğü ve

adeziv arayüzde heterojen stres dağılımı oluşturmaya yatkınlık gibi bazı kısıtlamaların olduğu da belirtilmektedir (190). Çekme testlerinde, aderentlerin ve adezivin elastisite modülleri ve mukavemetleri birbirlerinden farklı olduğu için malzemelerin birbirlerini etkileyecekleri ve bu durumun saf davranışlarını sergilemelerine engel olacağı belirtilmektedir (71). Bu durum kontrol edilemeyen bir durum olduğu için ölçümlerin sonuçları saflığını yitirmektedir (71). Ayrıca geleneksel çekme testlerinde örneklerin hizalanması ve sabitlenmesi ile ilgili zorluk yaşanmaktadır (13).

Eğme testleri, saf çekme kuvveti oluşturabildiği (14), karmaşık örnek hazırlığı önerilmediği için örnek hazırlığının kolay olması (96) ve örneklerin sıkıştırılarak sabitlenmesine gerek kalmadığı için sıklıkla tercih edilmektedir (202). Kırılgan malzemelerde sabitlenme sırasında deformateler oluşabilmesi nedeni ile seramik materyallerin test edilmesinde yararlanılması en uygun olan testlerdir (13). Üç nokta ve 4 nokta eğme testleri; eğme testleri arasında en yaygın kullanılanlarıdır (201). Kırık, yüzeydeki defektlerden başladığı için 3 nokta ve 4 nokta eğme dayanımı; büyük oranda çekme streslerine maruz kalan yüzeyde oluşan çatlaklara bağlıdır (202). Maksimum çekme stresi, 4 nokta eğme testinde test örneğinin yüzeyine kuvvet uygulayan iki uç arasında homojen bir kuvvet alanı oluştururken (202) 3 nokta eğme testinde kuvvet uygulayan pistonun ucunda homojen olmayan merkezi bir kuvvet noktası oluşmaktadır (64, 96). Bu bilgilerin ışığında, homojen malzemelerde 3-nokta eğme ve mikro çekme testleri; heterojen malzemelerde ise 4-nokta eğme testinin daha güvenilir sonuçlar verdiği bildirilmekte ve önerilmektedir (71). Bu nedenle bu çalışmada, momenti kuvvet uyguladığı uçlar arasındaki alanda oluşturan ve bu alan içindeki en zayıf noktada kırık oluşumuna olanak vererek en zayıf bölgenin belirlenmesini sağlayan 4-nokta eğme testinin kullanılması yeğlenmiştir.

Dört nokta eğme testi, malzeme, elektronik, mikro elektronik ve makine mühendisliği gibi pek çok alanda malzemelerin bükülme, bağ ve kırılma dayanımı ile ilgili olarak yapılan çalışmalarda sıklıkla kullanıldığı halde dental malzemelerin test edilmesinde çok fazla kullanılmamıştır. Bazı araştırmacılar 4 nokta bükme testi sonuçlarının; örnek dizaynı, örnek

boyutları, örnek genişliği ve kuvvet uygulayan uçlar arası mesafe ile örnek kalınlığının birbirlerine oranı, yükleme süresi ve koşulları gibi değişkenlerden etkilendiğini belirtmektedir (97, 155, 171). Bu konuda var olan standartlar (DIN ENV 843 , ISO 6872, ASTM C1674 – 11 vb.) referans olabilmektedir (10, 47). Fakat bu standartlarda örnek ve test düzeneği tasarımları farklılıklar gösterebilmektedir. Bu nedenle araştırmacının üzerinde çalışacağı malzemenin yapısal özelliklerini iyi bilmesi gerekmektedir.

Mühendislik alanında farklı malzemelerin adezyonu ile ilgili yapılan çalışmalarda Charalambides ve ark'ın (30) geliştirdiği örnek dizaynı sıklıkla tercih edilmektedir. Bu araştırmacının dizaynına göre iki aderent adeziv malzeme ile birleştirilmekte, aderentlerden birinde örneğin ortasında yer alacak şekilde bir başlangıç çentiği hazırlanmakta ve örnekler bu şekilde 4 nokta bükme testi uygulanmaktadır. Göstemeyer ve ark (69), soğutma oranının zirkonya-üst yapı seramiği arayüz adezyonuna etkisini inceledikleri çalışmalarında bu örnek dizaynını kullanmışlardır. Çentik, üst yapı seramiğinde hazırlanmıştır. Bu tez çalışmasında ise aderentlerin her ikisi de zirkonyadan oluşmaktadır. Sinterize edilmiş zirkonyada çentik oluşturmak 4 nokta bükme testi sonuçlarını etkileyebilecek yüzey çatlakları oluşturabileceği için bu çalışmada Charalambides ve ark'a ait örnek dizaynı tercih edilmemiştir.

Bu çalışmada her iki aderent de zirkonya olarak belirlenmiş ve bu örneklerin simantasyon yüzeylerine yüzey hazırlık işlemi uygulandıktan sonra adeziv simanlar ile uç uca yapıştırılmışlardır. Oluşan arayüz, test düzeneğinde kuvvet uygulayan iki ucun arasında tam ortada yer alacak şekilde yerleştirilmiş ve bağ dayanımı bu örnek dizaynı ile ölçülmüştür. Dental malzemelerde bağ dayanımını inceleyen iki çalışmada aynı örnek dizaynı ile dört nokta bükme testi uygulanmıştır. Staninec ve ark (174) dört nokta bükme testi ile dentin ve kompozit arayüzünde oluşan yorulmayı inceledikleri çalışmalarında dentin ve kompozitten yapılmış bar şeklindeki örnekleri uç uca yapıştırmışlardır. Aynı şekilde Mirmohammadi ve ark'ın (130) dört nokta bükme testi ile zirkonya ve kompozit arayüzünde oluşan döngüsel yorulmayı inceledikleri çalışmalarında zirkonya ve kompozitten yapılmış bar şeklindeki örnekler uç uca yapıştırılmıştır. Dört nokta bükme testi için bu örnek

dizaynının kullanıldığı çalışmalarda her iki aderentin aynı malzemeden yapılmış olması gerekmektedir (71). Aksi takdirde test düzeneğindeki uçlar aynı kuvveti uygulasa da malzemeler farklı olduğu için kuvvet farklı etkiler oluşturacak ve arayüzü oluşturan alana saf bir bükme kuvveti uygulamak mümkün olmayabilecektir (71). Yukarıda söz edilen bu iki çalışmada da kullanılan örnek dizaynının çalışmaya uygun olmadığı için dört nokta bükme testinin amacına ulaşamamış olabileceği düşünülmektedir.

Zirkonya üstün mekanik özelliklere sahip olduğu halde doğasında var olan bazı sorunları da bulunmaktadır. Bunlardan biri de dental uygulamalarda sıkıntı yaratan farklı yüzeylere olan bağlanma sorunudur. Zirkonya restorasyonların simantasyonunda konvansiyonel simantasyon protokolleri izlenebilmekte ya da rezin siman kullanılabilir. (183) Ancak rezin simanın, ağız ortamında uzun dönem kırılma ve yorgunluk direncini artırarak yüksek kimyasal adezyon, marjinal sızdırmazlık ve retansiyon sağladığı rapor edilmiştir (27). Polikristalin seramiklerden olan zirkonya hacimce %15'ten daha az silika ve küçük bir miktar cam faz içermekte ya da hiç cam faz içermemektedir (143). Matriksini zirkonyum oksit oluşturmaktadır ve doldurucuları ise tanecikler yerine 'dopant' adı verilen modifiye atomlardır (143). Sinterizasyon işlemi sonrası çok yoğun ve homojen bir yapı haline gelmektedir (143). Bu nedenle zirkonyanın içeriği ve fiziksel özellikleri konvansiyonel silika bazlı seramiklerden farklıdır. Geleneksel adeziv kimyasının, non-polar ve inert bir malzeme olduğu için zirkonya yüzeyinde etkisiz olduğu belirtilmektedir (183). Hidroflorik asit gibi dağlayıcılar basit mikromekanik bağlanma için yüzeyi yeterince pürüzlendirememektedir (183). Kimyasal bağlanmayı arttırabilmek için alüminyum oksit (Al_2O_3) tanecikleri ile kumlama yapma, yüzeyi silika ile kaplama ve zirkonya primerleri uygulama gibi bazı yüzey hazırlık işlemleri uygulanmaktadır (183). Geleneksel rezin simanlar (Bis-GMA, TEGDMA, UDMA vb. İçerikli) da iyi mekanik retansiyon sağladıkları halde fosfat monomeri içeren rezin simanlar, hidrolitik olarak stabil oldukları ve zamanla bağ dayanımları azalmadığı için daha çok tercih edilmektedirler (183). Komine ve ark (106), termal siklus sonrası indirekt kompozit üst yapı ile zirkonya seramik

alt yapı arasındaki makaslama bağ dayanımı ile ilgili olarak yaptıkları çalışmada karboksilik anhidrid (4-META), fosforik asit (6-MHPA) ya da 10-metakriloyloksidesil dihidrojen fosfat monomer (MDP) içeren bir asidik fonksiyonel monomer kullanımının indirekt kompozit ile zirkonya arasında kalıcı bir bağ dayanımı sağlayabildiğini belirtmişlerdir. Bazı araştırmacılar MDP kullanıldığında diğer asitlere göre zirkonya ile asit arasında zirkonat oluşumunun daha kolay olduğu yorumunu yapmaktadırlar (136). Bu yorumların asidedeye, ayrışma sabitine ve son dönem çalışmalarında yer almış asidik monomerlere ait diğer etkenlere ait farklılıklardan kaynaklı olduğu belirtilmektedir (136). Bu nedenle asidik fonksiyonel monomerler içinde üzerine en çok çalışma yapılmış olan monomer, MDP'dir. Zirkonya alt yapıli restorasyonların simantasyonunda MDP içerikli rezin yapıştırıcı ajanların daha uygun bulunmasının nedeni olarak MDP'nin fosfat ester monomerleri ile zirkonyum oksit yüzeyindeki pasif bir tabaka oluşturan hidroksil grupları arasında meydana gelen kimyasal etkileşim gösterilmektedir (28). Fakat MDP içeren rezin simanın (örn; Panavia F 2.0, Kuraray, Tokyo, Japonya) yüksek viskozitesinin diğer rezin simanlara göre iki kat fazla siman film kalınlığına yol açtığı belirtilmektedir (139). Siman film kalınlığı artışının restorasyonun adaptasyonunu bozarak sıvı penetrasyonuna yol açabileceği belirtilmektedir (43). Bu nedenle çalışmamızda yüksek bağ dayanımı sağladığı belirtilen MDP (Panavia F 2.0) monomeri ve ona alternatif olabilecek fosforik ester metakrilat (Rely-X U200) monomeri içeren iki siman karşılaştırılmıştır.

De Souza ve ark. (43), metal primerlerin zirkonya ile rezin siman arasındaki bağ dayanımına etkilerini inceledikleri çalışmalarında Panavia F ve Rely-X U 200 ile aynı içeriğe sahip olan (181) Rely-X Unicem ile simante ettikleri örneklere mikro çekme testi uygulamışlardır. Sonuç olarak kontrol grubunda ortalama bağ dayanım değerleri Panavia F için $8,8 \pm 5,1$ MPa, RelyX Unicem için $7,2 \pm 3,2$ MPa olarak bulunmuştur ve aralarındaki farkın istatistiksel olarak anlamlı olmadığı belirtilmiştir. Bu tez çalışmasında ise kontrol (C) grubuna ait ortalama dört nokta eğme bağ dayanım değerleri incelendiğinde P grubu değerleri ($29,66 \pm 8,76$), istatistiksel olarak R grubu değerlerinden ($22,26 \pm 5,71$) anlamlı

oranda yüksek bulunmuştur. İki çalışmaya ait veriler arasındaki uyumsuzluğun, farklı mekanik test yöntemlerinin kullanılmasından kaynaklanmış olabileceği düşünülmektedir.

Mirmohammadi ve ark. (130), rotasyon yorgunluğunun (rotating fatigue) zirkonya ile kompozit arasındaki bağ dayanımına etkisini inceledikleri çalışmalarında örnekleri Panavia F, RelyX Unicem ve Multilink Automix ile simante etmeden önce örneklere 125 µm Al₂O₃ ile kumlama yaparak 4 nokta eğme testi uygulamışlardır. Sonuç olarak kontrol grubunda ortalama bağ dayanım değerlerinin Panavia F için 43,9 ± 12,2 MPa, RelyX için 41,3 ± 8,1 MPa, Multilink için 39,0 ± 8,9 MPa olduğu ve siman grupları arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık olmadığı belirtilmiştir. Mirmohammadi ve ark.'ın yaptıkları çalışmada farklı tanecik büyüklüğünde Al₂O₃ kullanılmış olmasına ve 4 nokta eğme test düzeneği uygun şekilde tasarlanmamış olmasına karşın çalışmamızdaki sonuçlar bu çalışmayı destekler niteliktedir ve kumlama (Sb) grubunda ortalama bağ dayanım değerleri incelendiğinde P (53,92 ± 11,63) ve R (50,41 ± 16,66) grupları arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır (P> 0.05).

Sonuç olarak çalışmamızda test edilen her iki yapıştırıcı siman; yüzey hazırlık işlemleri ile desteklendiklerinde bağ dayanımında artış göstermişlerdir.

Zirkonya alt yapılı protezlerin adeziv simantasyondaki başarısını arttırabilmek için çok sayıda malzeme ve teknik kullanılmaktadır. Al₂O₃ tanecikleri ile kumlamanın, üzerine en çok çalışma yapılmış yüzey hazırlık işlemi olduğu ve MDP ile birlikte kullanıldığında iyi bir bağ dayanımı sağladığı belirtilmektedir (1). Bu nedenle çalışmamızda kontrol grubundan sonraki yüzey hazırlık işlemi grubu kumlama olarak belirlenmiştir.

Kumlama işlemi ile gevşek kontaminasyon tabakası uzaklaştırılmakta, bağlanma için gerekli yüzey alanı ve yapıştırıcı malzemenin ıslatabilirliği arttırılmaktadır (4). Ayrıca oluşan yüzey pürüzlülüğü mikro mekanik bağlanmayı, kumlamanın seramik yüzeylerindeki hidroksil gruplarını arttırması da fosfat monomeri ile kimyasal bağlanmayı arttırmaktadır (102). Monaco ve ark. (132); tribokimyasal silika kaplama, sinterizasyon öncesi 50 µm

Al₂O₃ kumlama, sinterizasyon öncesi 110 µm Al₂O₃ kumlama, sinterizasyon sonrası 50 µm Al₂O₃ kumlamadan oluşan dört deneysel yüzey hazırlık işleminin zirkonya ile resin siman arasındaki bağ dayanımına etkisini inceledikleri çalışmalarında; tribokimyasal silika kaplama ve sinterizasyon öncesi-sonrası Al₂O₃ ile kumlama işlemlerininin bağ dayanımlarını kontrol grubu ile karşılaştırmışlardır. Ortalama makaslama bağ dayanım değerleri; kontrol grubu için 4,7 ± 0,8 MPa, tribokimyasal silika kaplama grubu için 4,6 ± 0,9 MPa, sinterizasyon öncesi 50 µm Al₂O₃ kumlama için 6,4 ± 1,0 MPa, sinterizasyon öncesi 110 µm Al₂O₃ kumlama için 6,5 ± 1,8 MPa ve sinterizasyon sonrası 50 µm Al₂O₃ kumlama için 6 ± 1,3 MPa olarak bulunmuştur. Sonuç olarak sinterizasyon öncesi ve sonrası kumlama işlemi uygulamasının bağ dayanımında anlamlı oranda bir artış sağladığı belirtilmiştir. Çalışmamızda da siman grupları arasında fark olmaksızın kumlama (Sb) grubu (52,2 ± 14,1 MPa) en yüksek ortalama 4 nokta bükme bağ dayanım sonuçlarını vermiştir ve C (26,0 ± 8,1), Z (35,6 ± 14,0), GHF (40,6 ± 11,2), CC (32,2 ± 12,7) grupları ile arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır (P < 0.05).

Kumlama; yüzey pürüzlülüğünü ve bağ dayanımını arttırmasına karşın grenler arası seviyede mikro çatlak oluşumunu tetikleyerek seramik restorasyonun ömrünü kısaltabilmektedir (204, 109). Bazı araştırmacılar zirkonyanın kumlanmasının keskin çatlaklar ve yapısal defektler oluşturması nedeni ile fonksiyon sonucunda zirkonya alt yapıların radyal kırığa yatkınlaşacağını belirtmektedir (1, 27). Kumlama işleminin zararlı etkilerini ortadan kaldırmak ya da azaltmak amacı ile işlem protokolü ile ilgili bazı çalışmalar yapılmıştır. Çünkü tanecik büyüklüğü, kumlama basıncı, tanecik şekli, taneciklerin yüzeye geliş açısı ve ıslak-kuru uygulama gibi etkenlerin, kumlama sonuçlarını etkilediği belirtilmektedir (140). Bu değişkenlerden kumlama basıncının (131) ve tanecik büyüklüğünün (154) azaltılmasının zirkonya yüzeyinde oluşacak hasarı azaltabileceği bildirilmiştir. Re ve ark. (158) düşük basınçla kumlama yapılmış zirkonyanın başlangıç bağ dayanımını inceledikleri çalışmalarında sinterize zirkonya örneklerine düşük (1 bar) ve standart (2,8 bar) basınçla uygulanmış kumlama işlemi sonucunda zirkonyanın resin simanla

arasında oluşan başlangıç makaslama bağ dayanım değerlerinin sonuçlarını kontrol grubu ile karşılaştırmışlardır. Ortalama makaslama bağ dayanım değerleri kontrol grubu için $13,3 \pm 1,6$ MPa, standart basıncın kullanıldığı kumlama grubu için $16,2 \pm 2,9$ MPa, düşük basıncın kullanıldığı kumlama grubu için $16,0 \pm 2,7$ MPa olarak bulunmuştur. Sonuç olarak düşük basınçlı kumlamanın bağ dayanımını arttırmak için etkili olduğu fakat SEM görüntülerine göre yüzeydeki defekt oluşumunu engellemediği belirtilmiştir. Sato ve ark (165), dental zirkonya seramiklerin kumlama ve ısıl işleme değişen mekanik özelliklerini inceledikleri çalışmalarında $70 \mu\text{m}$ alumina ve $125 \mu\text{m}$ SiC tozu ile 10 ve 90 saniye kumlama işlemi uyguladıkları serya ile stabilize TZP/ Al_2O_3 nanokompozit (CZA) ve yitria ile stabilize TZP (Y-TZP) örneklere $500-1200^\circ\text{C}$ 'de 5 dakika ısıl işlem uygulamış ve zirkonya örneklerde meydana gelen monoklinik faz değişimini incelemişlerdir. Yapılan çalışmada örnekler, yüzey işlemleri öncesi ve sonrasında X-ışınlı difraktometre ve Raman spektroskopisi ile incelenmiş, örneklere biaksiyal bükme testi uygulanmıştır ve zirkonyanın monoklinik faz içeriği ile bükme dayanımı sonuçları karşılaştırılmıştır. Sonuç olarak her iki zirkonya çeşidinde de biaksiyal bükme dayanımının, zirkonyanın monoklinik içeriğinin artması (kumlama sonucu ortaya çıkan) ile arttığı ancak zirkonyanın monoklinik içeriğinin azalması (ısıl işlem sonucu ortaya çıkan) ile azaldığı belirtilmiştir. Monoklinik faza dönüşen alanın kalınlığının $10 \mu\text{m}$ olduğunu ve dönüşen tabakanın kalınlığının kumlama süresine değil kumlama tanecığının çeşidine bağlı olduğunu belirtmişlerdir. Fakat Zhang ve ark (204) kumlama yapılmış seramiklerde hasar oluşumu ve yorulma süresini inceledikleri çalışmalarında monoklinik faza dönüşümden kaynaklanan hacim artışının oluşturduğu kompresif streslerin kumlama işlemi sonucu yüzeyde oluşan mikro çatlaklardan kaynaklanan dayanım kaybını karşılamak için yeterli olmadığını belirtmişlerdir. Çalışmada alumina ve zirkonya örnekler polikarbonat substratlara yapıştırılmış, örneklere kısa, küt bir uç ile düşük ve sivri bir uç ile yüksek kuvvetle tek ve çok döngülü kontakt yükleme ile yorulma uygulanmıştır. $50 \mu\text{m}$ tanecik büyüklüğüne sahip Al_2O_3 kumu ile kumlanan örneklerin başlangıç ve yorma işlemi sonrası dayanımları karşılaştırılmıştır. Çalışmada başlangıç kırıklarının dayanımı düşürmek için küçük olduğu fakat tekrarlayan kuvvet altında

büyüdükleri, komşu çatlaklar ile birleştikleri ve kumlama nedeni ile hasar gören örneklerde dayanımın %20 ile %30 oranında azaldığı belirtilmektedir. Guess ve ark (80), yaptıkları benzer bir çalışmada, aşındırma ve Al₂O₃ kumlama ile yüzey hazırlık işlemi sonrası zirkonyada oluşan hasarı ve zirkonya alt yapı güvenilirliğini incelemiştir. Sonuç olarak radyal kırık oluşumunun; pürüzlendirilmiş ve alumina ile kumlanmış seramiklerde ihtiyaç duyulan stres seviyelerinden (> 100.000 siklus) daha düşük düşük stres değerlerinde (~45,00 siklus) görüldüğü belirtilmiştir.

Zirkonyanın kumlanması ile oluşan mikroskobik görüntülerin karşılaştırıldığı çalışmalarda genellikle 50 µm ve 110 µm olmak üzere 50 µm ile 125 µm aralığındaki tanecik boyutu kullanılmaktadır (67). Çalışmamızda 50 µm tanecik boyutlu alumina kullanmamızın nedeni hasta başında hekimlerin rahat uygulayabilecekleri tipik bir tanecik boyutu olması (186) ve yapılan çalışmalarda daha büyük tanecik boyutunun daha yüksek bağ dayanımı sağlamadığının belirtilmiş olmasından kaynaklanmaktadır (67, 147).

Yapılan çalışmalarda Al₂O₃ tanecikleri ile kumlama işleminde alınan önlemlerin zirkonya yüzeyine verdiği hasarı engellemediği belirtildiği için (158) yüksek bağ dayanım değerleri verdiği halde alternatif yüzey hazırlık işlemi arayışı devam etmektedir. Al₂O₃ ile kumlama (Sb) grubu, bu tez çalışmasında da kullanılan simanlardan bağımsız olarak en yüksek ortalama bağ dayanım değerini vermiştir fakat belirtilen zararlı etkileri nedeni ile çalışmamızda alternatif yüzey hazırlık işlemleri de denenmiştir.

Üzerine pek çok çalışma yapılmış olan bir diğer yüzey hazırlık işlemi de **primer uygulamasıdır**. İçeriğinde silika olmayan zirkonya yüzeyine silan bağlayıcı ajan ve alüminyum oksit kumlamanın birlikte uygulanması düşük bağ dayanımı ile sonuçlanmıştır (102, 120). Zirkonya alt yapı protezlerde fosfat monomeri (MDP) içeren primerler, bağlayıcı ajanlar ve zirkonat bağlayıcı ajan uygulamaları önerilmektedir (120). Zirkonyum ve metal oksitlerde, 4-metakriloksietil trimellitik anhidrid (4-META) ve tiyofosforik asit metakrilat (MEPS) gibi diğer asidik monomerler de ek kimyasal bağ sağlamaktadır (186). Bu

asidik monomerler ile zirkonya yüzeyindeki oksit grupları arasında, silan bağlayıcı ajanların silika bazlı seramikler ile arasında oluşan yüzey reaksiyonuna benzer bir etkileşim görülmektedir. Yeni yaklaşım organofosfat ve karboksilik asit monomerlerinin karışımı ile elde edilen ışıkla polimerize edilebilir bir primer ajanı kullanmaktır (120). Silanlarda olduğu gibi organofosfat monomerlerde de organofonksiyonel bölüm vardır ve bu sıklıkla bir kompozit rezin sisteminin monomeri ile kopolimerize olabilen bir metakrilat grubudur (192). Fosfat monomerleri de metal oksitlerle bağlanma sağlayan fosforik asit grupları içermektedir. Ayrıca bu içerikteki primer ajanlarında bulunan karboksilik asit de bağlanma gelişimine katkıda bulunmaktadır (120). Bu nedenle bu çalışmada organofosfat ve karboksilik asit monomerleri içeren bir primer (Z-Prime PLUS, Bisco, Schaumburg, IL, ABD) kullanılmıştır.

Magne ve ark (120) organofosfat ve karboksilik asit monomerlerinin karışımını içeren deneysel bir primerin zirkonya-rezin makaslama bağ dayanımına etkisini inceledikleri çalışmalarında dört farklı siman ile fosfat monomeri (MDP) içeren bir primer (CCP) ve deneysel primerin (ZrP) bağ dayanım sonuçlarını primer uygulanmamış kontrol grubunun (NP) sonuçları ile karşılaştırmışlardır. Tez çalışmamızda da kullanılan Panavia F simanı için Magne ve ark çalışmasında ortalama makaslama bağ dayanımı sonuçları NP için $6,78 \pm 1,45$ MPa, ZrP için $14,96 \pm 3,87$ MPa, CCP için $8,74 \pm 1,42$ MPa'dır. Sonuç olarak deney grupları arasında ortalama bağ dayanım değerleri farkının anlamlı olduğu ve deneysel primerin en yüksek ortalama bağ dayanım değerlerini gösterdiği belirtilmiştir. Çalışmamızda elde edilen bulgulara göre Panavia F simanı için kontrol(C) grubu ($29,67 \pm 8,8$) ile zirkonya primeri (Z) grubu ($29,94 \pm 11,32$) arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değildir ($P=1,0$) ve kullanılan primer; bağ dayanımını arttırmamıştır. Çalışmaların sonuçları arasındaki farklılığın farklı mekanik test yöntemleri kullanılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Yapıştırıcı rezin simanların ve primerlerin birlikte kullanıldığı çalışmalarda primer kullanımının simanın ıslatabilirliğini arttırdığı için seramik yüzeyi ile daha iyi bir etkileşim sağladığı belirtilmektedir (68). Koizumi ve ark (105); rezin bazlı yapıştırıcı ajanların ve özel

seramik primerlerinin zirkonyaya bağlanma özelliklerini araştırdıkları ve karşılaştırdıkları çalışmalarında altı farklı içerikli rezin siman ve üç farklı içerikli primer kullanmışlardır. Sonuç olarak MDP içeren rezin siman ve primerlerin daha yüksek bağ dayanımı sergiledikleri fakat bu dayanımın klinik koşullar için yeterli olmadığı ve bu kimyasal yüzey hazırlık işleminin mekanik işlemlerle desteklenmesi gerektiği belirtilmiştir. Bizim çalışmamızda da siman ana gruplarından bağımsız olarak bakıldığında Z grubu ($35,64 \pm 13,98$), C grubuna ($26,0 \pm 8,1$) göre daha yüksek bağ dayanımı sergilemiştir.

Gotti ve ark (68) seramik primerlerin rezin siman ile zirkonya alt yapı seramikler arasındaki bağ dayanımına etkisini inceledikleri çalışmalarında iki farklı rezin simanın mikromakaslama bağ dayanım değerlerini, primer uygulanmış ve uygulanmamış örnekler ile ve kendi aralarında karşılaştırmışlardır. Ortalama mikromakaslama bağ dayanım değerleri ResiCem siman + porselen primer grubu (maleik anhidrid) için $17,4 \pm 6,8$ MPa, ResiCem siman grubu için $17,1 \pm 5,5$ MPa, Clearfil siman + Clearfil seramik primer (MDP) grubu için $15,6 \pm 5,5$ MPa, Clearfil siman grubu için $14,2 \pm 3,5$ MPa olarak bulunmuştur. Sonuç olarak seramik primerin bağ dayanımında artışa neden olmadığı belirtilmiştir. Bu tez çalışmasında ise Z grubunda daha yüksek bağ dayanım değerleri elde edilmiş olması ve primerin bağ dayanımında artışa neden olması; çalışmalarda kullanılan primerlerin farklı asidik içeriğe sahip olmasından ve farklı test yöntemleri kullanılmış olmasından kaynaklanmış olabilir.

Lehmann ve Kern (116), farklı primerlerin zirkonya-rezin bağlantı dayanımına etkilerini inceledikleri çalışmalarında tüm örneklere $50 \mu\text{m Al}_2\text{O}_3$ kumu ile kumlama uygulamışlar ve rezin siman ve primer uyguladıkları örneklerin çekme bağ dayanımı sonuçlarını kontrol grubu ile karşılaştırmışlardır. Ortalama bağ dayanım sonuçları; sadece Multilink Automix siman uygulanan grup için $12,6 \pm 2,1$ MPa, Multilink Automix ve metal/zirkonya primer (fosfonik asit) uyguladıkları grup için $38,7 \pm 8,4$ MPa, Multilink Automix ve Alloy Primer (MDP) uyguladıkları grup için $49,4 \pm 11,2$ MPa, Panavia F 2.0 siman uyguladıkları grup için $53,0 \pm 7,4$ MPa olarak bulunmuştur. Sonuç olarak Al_2O_3 ile

kumlama yapılmış yüzeylerde test edilen her iki primerin de bağ dayanımını arttırdığı belirtilmiştir. Asidik monomer içeriği farklı olduğu halde yaptığımız çalışmada uyguladığımız primer de simanlardan bağımsız olarak değerlendirildiğinde bağ dayanımını arttırmıştır.

Miragaya ve ark. (129), dört farklı yüzey hazırlık işleminin zirkonya ve kendi adeziv (*self-adeziv*) rezin siman bağ dayanımına etkisini inceledikleri çalışmalarında örnekler; kontrol (C), 50 µm Al₂O₃ ile kumlama (S), Alloy Primer uygulama (A) ve silika kaplama + silan uygulama (R) olmak üzere dört gruba ayrılmıştır. Ortalama mikro makaslama bağ dayanım değerleri: Rely X ARC simanında; C için 5.4 ± 1.8 MPa, S için 11.8 ± 1.9 MPa, A için 15.9 ± 5.0 MPa, R için 10.0 ± 1.7 MPa ve Rely X Unicem simanında; C için 16.0 ± 1.7 MPa, S için 29.8 ± 3.5 MPa, A için 36.2 ± 2.1 MPa, R için 37.4 ± 2.3 MPa olarak bulunmuştur. Sonuç olarak her üç yüzey hazırlık işleminin de bağ dayanımını arttırdığı fakat MDP içeren Alloy Primer'in zirkonyanın bağ dayanımını arttırmak için en güvenilir alternatif yüzey hazırlık işlemi olduğu belirtilmiştir. Bizim çalışmamızda da; simanlardan bağımsız olarak değerlendirildiğinde; en yüksek bağ dayanım değeri kumlama (Sb) grubunda (52,16 ±14,1) bulunmuştur ve Sb grubuna ait değerler Z grubundan (35,63 ± 13,98)istatistiksel olarak anlamlı derecede (P< 0,05) yüksektir. Çalışmaların sonuçları arasındaki uyumsuzluğun; farklı içerikli primerlerin, farklı simanların ve mekanik test yöntemlerinin kullanılmış olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Zirkonya alt yapı ile rezin siman arasındaki bağ dayanımını arttırmak için kullanılan en yeni yöntemlerden biri de zirkonyanın simantasyon yüzeyine glazür tabakası uygulanmasıdır. Zirkonya yüzeyine uygulanan seramik tabakasının erimesi sırasında zirkonyanın yüzeyindeki katmana infiltre olduğu ve kristallerde ayrılmaya neden olduğu belirtilmektedir (2). Porselen incilerinin zirkonya yüzeyine tutunumu Van der Waals kuvvetlerinin ve elektrostatik kuvvetlerin etkileşimi ile birlikte olmaktadır (46). Cam seramik yüzeyine hidroflorik asit uygulanması ile güçlü ve durağan bir zirkonya rezin bağ dayanımı eldesini sağlayan mikromekanik olarak retatif bir yüzey olduğu belirtilmektedir

(2, 137). Bu yüzey hazırlık işleminin ilave malzeme ve ekipman gerektirmemesi, uygulamasının ekonomik ve kolay olması ve glazür tabakasının silika içeriğinden dolayı silan uygulamasına olanak tanınması nedenleri ile avantajlı bir yüzey hazırlık işlemi olduğu belirtilmektedir (2, 29). Ayrıca zirkonya alt yapılı restorasyonların simantasyon yüzeyinin kaplanması; düşük ısı bozunumunu ve hasarı azalttığı da belirtilmektedir (137). Bu nedenle çalışmamızda kullandığımız diğer yüzey hazırlık işlemleri glazür uygulaması sonrası HF ile dağlama (GHF) ve düşük ısı porseleni (Crystall/.Connect) uygulaması sonrası HF ile dağlamadır (CC).

Derand ve ark. (46), kompozit içerikli yapıştırıcı simanın zirkonya seramik yüzeyine bağlanma dayanımını inceledikleri çalışmalarında zirkonya örnekleri glazürlenmiş (ZG) ve glazürlenmemiş (ZF) örnekler olarak iki ana gruba; kontrol (grup I), silan (grup II), RF plazma (grup III) ve düşük ısı porseleni mikro incileri (grup IV) uygulamaları olmak üzere dört alt gruba ayırmışlardır. Ortalama makaslama bağ dayanım değerleri ZF ana grubunda; grup I için $1,5 \pm 0,9$ MPa, grup II için $1,2 \pm 0,7$ MPa, grup III için $5,3 \pm 0,7$ MPa, grup IV için $14,4 \pm 2,8$ Mpa ve ZG ana grubunda; grup I için $0,8 \pm 0,1$ MPa, grup II için $0,4 \pm 0,1$ MPa, grup III için $3,5 \pm 0,7$ MPa, grup IV için $11,3 \pm 3,0$ MPa olarak bulunmuştur. Sonuç olarak plazma sprey ya da ince bir tabaka düşük ısı porseleni ile yüzey hazırlığı yapmanın hazırlık yapılmamış yüzeye göre bağ dayanımını başarılı bir şekilde arttırdığı belirtilmiştir. Çalışmamızda kullanılan glazür düşük ısı porselenidir fakat yukarıdaki çalışmada söz edilen glazür; kullanılan zirkonya bloğun cilalı yüzeyini tanımlamaktadır. Derand ve ark.'ın yaptığı çalışmada glazürlü yüzeyde hazırlık işlemi uygulanmamış yüzeye göre daha düşük bağ dayanımı elde edilmesinin nedeni bu olabilir. Çalışmamızda GHF ($40,63 \pm 11,23$) ve CC ($32,2 \pm 12,72$) gruplarında elde edilen bağ dayanım değerlerinin ortalaması, siman gruplarından bağımsız olarak değerlendirildiğinde kontrol grubundan ($25,96 \pm 8,14$) anlamlı oranda yüksek çıkmıştır. Çalışmamızda elde edilen sonuçlar yukarıdaki çalışmadaki düşük ısı porselenine ait sonuçları destekler niteliktedir.

Ntala ve ark (137), zirkonya alt yapıya adeziv bağlanma için çok fazlı glazürleri test edip karşılaştırdıkları çalışmalarında zirkonya örnekleri kumlama (grup 1) ve dört farklı kristal içerikli glazür uygulaması (grup 2, 3, 4, 5) olmak üzere beş yüzey işlemi grubuna ayırmışlardır. Ortalama makaslama bağ dayanım değerleri grup 1 için $7,7 \pm 3,2$ MPa, grup 2 (hidroksi apatit içerikli) için $5,6 \pm 1,7$ MPa, grup 3 (lityum disilikat içerikli [Ld]) için $11,0 \pm 3,0$ MPa, grup 4 (Ld) için $8,8 \pm 2,6$ MPa, grup 5 (Ld) için $9,1 \pm 2,6$ MPa olarak kaydedilmiştir. Sonuç olarak grup 1 ile grup 2, 4 ve 5 arasındaki farkın istatistiksel olarak anlamsız olduğu, grup 3'ün verilerinin grup 1'den anlamlı oranda yüksek olduğu belirtilmiştir. Bizim çalışmamızda Sb grubunun sonuçları ($52,16 \pm 14,1$), GHF ($40,63 \pm 11,23$) ve CC ($32,2 \pm 12,72$) gruplarının sonuçlarından istatistiksel olarak anlamlı düzeyde yüksek bulunmuştur ve bu seramikler feldspatik porselen içeriklidir. Çalışmaların sonuçları arasındaki uyumsuzluk farklı mekanik test yöntemlerinin ve farklı içerikli seramik tabakalarının kullanılmasından kaynaklanıyor olabilir.

Kıtayama ve ark (103), internal kaplama tekniğinin rezin siman ile zirkonya arasındaki çekme bağ dayanımına etkisini inceledikleri çalışmalarında örnekleri iki ana siman grubuna ve kumlanmış zirkonya (Zr), lityum disilikat içerikli düşük ısı porseleni uygulanmış zirkonya (INT) ve cam seramik (GN-1) örnek olmak üzere üç alt gruba ayırmışlardır ve alt gruplardaki örneklerin yarısına silan uygulanmıştır. Ortalama çekme bağ dayanım değerleri; bizim çalışmamızda da kullanılan Panavia F simanı için silanlanmamış örneklerde Zr grubunda 7.5 ± 1.5 MPa, INT grubunda 4.9 ± 0.9 MPa olarak bulunmuştur. Sonuç olarak Zr grubu ile INT grubu arasındaki farkın istatistiksel olarak anlamsız olduğu belirtilmiştir. Çalışmamızda kumlama grubunun verileri ($52,16 \pm 14,1$), GHF ($40,63 \pm 11,23$) ve CC ($32,2 \pm 12,72$) gruplarından istatistiksel olarak anlamlı düzeyde yüksek bulunmuştur. Veriler arasındaki bu uyumsuzluk farklı mekanik test yöntemlerinin kullanılmasından ve farklı içerikli seramik tabakalarının uygulamasından kaynaklanıyor olabilir. Ayrıca Kıtayama ve ark., yaptıkları çalışmada, bu tez çalışmasında kullanılan ($50 \mu\text{m}$) daha farklı tanecik

büyüklüğüne (70 µm) sahip Al₂O₃ kumu kullanmışlardır ve bu protokol farklılığının da sonuçları etkilemiş olabileceği düşünülmektedir.

Glazür tabakasının kalınlığı ile ilgili yapılan çalışmalarda kalınlığın 20 ile 40 µm arasında değiştiği belirtilmiştir (39). Cura ve ark (39), zirkonya için glazür uygulamasını içeren farklı bir adeziv simantasyon yaklaşımını denedikleri çalışmalarında; zirkonya yüzeyindeki glazür tabakasının kalınlığının 6,9 ile 8,9 µm arasında değiştiğini belirtmişlerdir. Günümüz CAD-CAM sistemlerinde sabit protezlerin internal uyumlarının 30 ile 50 µm aralığında değiştiği belirtilmektedir (60). Ayrıca Reisch ve ark (160), zirkonya alt yapı sabit protezlerde marjinal aralığın 8 µm ile 272 µm, internal uyumun ise 39 µm ile 502 µm aralığında değiştiğini belirtmişlerdir. Bu nedenle GHF grubuna ait glazür tabakası kalınlığı her ne kadar uyumu etkilemeyecek seviyelerde olsa da kalınlığın standardize edilmesi ve bu uygulama için gereken boşluğun zirkonya alt yapı üretimi sırasında göz önünde bulundurulması önem taşımaktadır. Çalışmamızda; CC grubunda, uygulanan tabakanın kalınlığını kontrol etmenin ve protezin internal uyumunu sağlamanın zor olduğu görülmüştür. Bu grupta kullanılan düşük ısı porseleni içerikli malzeme, CAD-CAM teknolojisi ile üretilen zirkonya alt yapı ile lityum disilikat üst yapı seramiğinin birleştirilmesinde kullanılmak amacıyla üretilmiştir ve bu akışkan malzemenin tiksotropik özelliği bu amaç için formülize edilmiştir. Malzemenin kalınlığı vizüel olarak takip edilebilmektedir ve titreşim ve basınçla akışkan hale gelebilen bu malzeme zirkonya alt yapı yüzeyine uygulandığında basınç uygulayacak ek bir tabaka olmadığı için malzeme kalınlığı azaltılamayacaktır. İleri çalışmalar ile kalınlık sorununun önlenebileceği (materyalin formülasyonu değiştirilerek sıvı ya da sprey olması gibi) durumda; bu malzemenin de yeni bir yüzey hazırlık işlemi olarak denenebileceği kanısına varılmıştır.

Sonuç olarak, uygulamalarının pratik olması ve C grubuna (25,96 ±8,14) göre yüksek bağ dayanım değerleri vermeleri nedeni ile Z (35,63 ± 13,98)ve GHF (40,63 ± 11,23) uygulamaları, başarılı alternatif yüzey hazırlık işlemleri olarak kabul edilebilirler. Z grubuna göre daha yüksek bağ dayanımı ve daha düşük standart sapma değerleri veren GHF grubu ile

ilgili olarak ısı uygulaması ile ilgili bir sorun olduğu düşünülebilir. Yapılan bazı çalışmalar ısı uygulamasının, zirkonya yüzeyindeki monoklinik fazın tetragonal faza dönüşmesine yol açtığını ve bu durumun yüzeydeki kompresif stresleri azaltarak zirkonyanın dayanımını azaltabileceğini belirtmektedir (79). Fakat GHF uygulaması sırasında ek bir ısı işlemi gerek kalmamaktadır. Laboratuvarda üst yapı seramiğine glazür uygulanması sırasında restorasyonun simantasyon yüzeyine de glazür uygulanması ve bu aşamada tek bir fırınlama işlemi yapılması mümkündür. Bu şekilde, ısı işlemin olası zararlı etkileri GHF uygulaması sırasında etkili olmayabilecektir. Bu veriler ışığında çalışmanın, glazür işlemi sonrası hidroflorik asit uygulanması işleminin, test edilen diğer yüzey hazırlık işlemlerinden daha yüksek bağ dayanımı değerleri vereceği sıfır hipotezi; bu yöntem kontrol grubundan anlamlı oranda yüksek bağ dayanım değerleri vermesine karşın kumlama grubu en yüksek bağ dayanım değerlerini verdiği için reddedilmiştir.

Kırık alanlarının incelenmesinde mikroskopik tekniklerle en iyi detayların alınması gerekmektedir. Kırık yüzeyinin topografisi; kırığın başlangıç noktası ve yayılımı hakkında bilgi elde edilmesine, yüklenme karakteristiğinin ve yerel streslerle mikroyapısal etkileşimin tanımlanmasına olanak sağlamaktadır (42). Taramalı elektron mikroskobu (SEM) fraktografik inceleme için güçlü bir araçtır (42) ve bu inceleme için genellikle hidrate ve yalıtkan olan biyolojik ve klinik örneklerin stabilize edilmesi, kurutulması ve metal ya da karbon ile kaplanması gerekmektedir (125). 1990'larda, hidrate ya da kurutulmuş örneklerin iletken bir malzeme ile kaplanmasına gerek kalmadan direkt incelenmesine olanak tanıyan çevresel taramalı elektron mikroskobu (ESEM) tanıtılmıştır (125). ESEM üç farklı operasyon modunda kullanılabilir: ıslak moda; örnekler tamamen hidrate olabilmektedir ve kısmi ya da tamamen buhara doymuş atmosferde görüntüleme yapılmaktadır; düşük vakum modunda örnekler genellikle kurudur fakat iletken bir tabaka ile kaplanmamaktadır; üçüncü olan yüksek vakum modunda ise sadece kurutulmuş ve iletken bir tabaka ile kaplanmış örneklerin görüntülenmesi yapılabilmektedir (125). Düşük vakum modunda örnekler kaplanmadığı için hiçbir topografik değişiklik oluşmamakta ve böylece

örnekler tekrar kullanılabilir (125) ve küçük yüzey ayrıntılarının silikleşmesi riski bulunmamaktadır (126, 135). Ayrıca örnek yüzeyinin kaplanması zaman almakta, görüntüleme işleminin maliyetini arttırmaktadır. Aynı tip örneklerin aynı kalınlıkta kaplanamaması da görüntülerin güvenilirliğini etkilemektedir (135). Düşük vakum modu kullanımı ile kontrast elde edilmesinde sorun oluştuğu; ancak geri saçılmış elektron görüntülemesi (Backscattered Electron Dispersive= BSED) özelliği kullanılarak bu problemin çözüldüğü belirtilmektedir (172). Bu nedenle çalışmamızda, kırık yüzeylerin incelenmesinde, düşük vakum modu ve BSED özelliği ile ESEM görüntüleme yöntemi kullanılması yeğlenmiştir.

Kırık yüzeyini değerlendirmek amacı ile enerji dağılım spektroskopisi (Energy Dispersive Spectroscopy= EDS) de kullanılmaktadır ve yüzeyde hangi elementin hangi oranda bulunduğuna ilişkin bilgi sağlamaktadır (82). Bu çalışmada EDS yöntemi; kırık yüzeyinin element içeriğinin incelenmesi amacı ile kullanılmıştır. Bu şekilde malzemelerin ve yapıştırıcı rezin simanların yüzey hazırlık işlemlerine ilişkin kırık yüzeyindeki dağılımları daha net gözlemlenebilmiştir.

Bu tez çalışmasında kırık tiplerinin dağılımına bakıldığında ortalama FBPD'den farklı olarak P ve R siman grupları arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulundu ($P= 0,027$) ve tüm kırıklar değerlendirildiğinde R grubunda (%70) adeziv kırık (a) oranının P grubundan (% 30) oldukça yüksek olduğu gözlemlendi. Koheziv ve kombine kırık tiplerinin daha yüksek oranda görüldüğü P grubundaki (koheziv= % 66,7= k; kombine= % 56,9= m) bu üstünlüğün simanın içeriğindeki zirkonyum oksit yüzeyindeki hidroksil grupları ile kimyasal etkileşime giren MDP monomerinden (28) kaynaklandığı düşünülmüştür. Ortalama FPB değerleri P grubundan istatistiksel olarak anlamlı oranda farklı olmayan R grubunda bu kadar yüksek oranda adeziv kırık görülmesinin içeriğindeki fosforik ester metakrilatın zirkonyum oksit yüzeyindeki hidroksil grupları ya da yüzey işlemleri ile kimyasal etkileşim göstermemesinden fakat iyi bir mekanik bağlanma sağlamasından kaynaklandığı düşünülmüştür.

Kırık tiplerinin siman gruplarından bağımsız olarak yüzey hazırlık işlemlerine göre dağılımına bakıldığında ortalama FPBD'ye benzer şekilde gruplar arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır ($P=0$). En düşük ortalama FPBD'yi veren kontrol grubu (C) ($25,96 \pm 8,14$) adeziv kırık tipinin (tüm adeziv kırıkların % 43,3'ü) en yüksek oranda görüldüğü grup olmuştur. En yüksek ortalama FPBD'yi veren kumlama grubu (Sb) ($52,16 \pm 14,1$) adeziv kırık tipinin (tüm adeziv kırıkların % 3,3'ü) en az görüldüğü gruptur. Ortalama FPBD'leri arasında istatistiksel olarak fark bulunmayan zirkonya primeri (Z), glazür + HF (GHF) ve arayüz cam seramiği (CC) grupları arasında kırık dağılımları adeziv ve kombine kırık için yakındır fakat CC grubunda diğer iki gruptan farklı olarak koheziv kırık oranı (tüm koheziv kırıkların % 58,3'ü) yüksektir. CAD/CAM teknolojisi ile üretilmiş zirkonya alt yapı ve lityum disilikat üst yapı seramikleri arasında homojen bir tabaka oluşturması amacı ile geliştirilen bu malzemenin bu tez çalışması sırasında yaşanan kalınlık sorununa karşın istenen kırılma tipini yaygın olarak göstermesi; kalınlık sorunu çözümlerse başarılı bir yüzey işlemi olarak kullanılabileceği düşüncesini desteklemektedir.

BÖLÜM V

SONUÇ ve ÖNERİLER

Bu çalışmada elde edilen verilerin değerlendirilmesi sonucu aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır:

1. Uygulanan hazırlık işlemleri ve yapıştırıcı rezin simanlar bağ dayanımını arttırmıştır.

2. Dört nokta eğme testi, taranabilen literatürde ilk kez zirkonya-rezin arasındaki bağlantıyı ölçmek için çalışmamızda kullanılmış ve bağlantı değerleri saf olarak kaydedilebildiği için seramik-rezin bağlantısının ölçümünde uygun bir test yöntemi olarak kullanılabilceği gösterilmiştir.

3. Kumlama işlemi hem kırık dağılım değerlendirmesi hem de ortalama dört nokta eğme testi değerlerine göre başarılı sonuçlar vermiştir.

4. Ara yüz cam seramiği grubunda uygulanan malzemenin kalınlığını kontrol etmenin zorluğu nedeni ile formunun değiştirilmesi durumunda yeni bir arayüz materyali olarak önerilebileceği düşünülmektedir.

5. Zirkonya primer ve Glazür+HF uygulamaları, başarılı alternatif yüzey hazırlık işlemleri olarak kabul edilebilirler.

6. Glazür + HF uygulamasının bölümlü sabit restorasyonun internal uyumunu bozmaması için bu yöntem uygulamaya standartı oluşturulması ve bu sonuçların klinik çalışmalarla desteklenmesi gerektiğini düşünmekteyiz.

BÖLÜM VI

ÖZET

Farklı Yüzey Hazırlama İşlemlerinin Zirkonya-Rezin Bağlantı Değerlerine Etkisinin Araştırılması

Zirkonya üstün mekanik özelliklere sahip bir sabit protez alt yapı malzemesi olmasına karşın yüzeylere bağlanma başarısızlığı dental uygulamalarda sorun yaratmaktadır. Bu nedenle zirkonyanın yüzeyini pürüzlendirmek ve simana bağlanmasını arttırmak için çok sayıda yöntem ve malzeme denenmektedir. Bu in vitro çalışmada, zirkonya alt yapı sabit protezlerin simantasyon başarısını arttırmak amacı ile hazırlanan zirkonya örneklerine simantasyon öncesi yüzey hazırlık işlemleri uygulanmış ve dört nokta eğme testi (FPB) ile ölçülen bağ dayanım sonuçları karşılaştırılmıştır.

Bu çalışmada zirkonya bloklardan (VITA In-Ceram YZ, Vita Zahnfabrik, Almanya) FPB için 200 tane bar örnek (N=200) (100 adet simante örnek) (2mmx5mmx25mm) hazırlandı. Örnekler, iki ana yapıştırıcı resin siman grubuna (Panavia F 2.0, Kuraray Medical, Tokyo, Japonya (P); Rely X U-200, 3M/Espe, Irvine, CA, ABD (R)) ve beş alt yüzey hazırlık işlemi grubuna (Kontrol (C), 50 µm Al₂O₃ taneciği ile kumlama (Sb), zirkonya primer (Z-Prime, Bisco, Schaumburg, IL, ABD) (Z), glazür seramiği (Crystall.Glaze spray, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) + hidroflorik asit (GHF), arayüz cam seramiği (Crystall/.Connect, Ivoclar, (CC)) (n= 20/grup) (10 adet simante örnek/grup) göre ayrıldı. 15'er dakika etanol ve deiyonize su içinde uygulanan ultrasonik temizlikten sonra zirkonya örnekler yapıştırıcı siman kalınlığını standardize etmek amacı ile paslanmaz çelik bir kalıp kullanılarak üretici firmanın talimatları doğrultusunda uç uca yapıştırıldı. Resin simanlar 40 saniye ışık uygulanarak (Bluephase, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) sertleştirildi. Örneklerle universal test makinesinde (Autograph,

Shimadzu, Japonya, çene hızı: 0,5 mm/dak) FPB uygulandı. Bağ dayanım değerleri (MPa \pm SS) kaydedildi ve istatistiksel analizleri (ANOVA, Bonferroni, Dunnett-C, T-test; $\alpha=0.05$) yapıldı. Kırık alanları çevresel taramalı elektron mikroskobu (ESEM) (Quanta 250 FEG SEM, FEI., Oregon, ABD) kullanılarak incelendi. Kırık tiplerinin dağılımı ışık mikroskobu (Eclipse ME600 Light Microscopy, Nikon, Melville, NY, ABD) kullanılarak EDS (Quanta 250 FEG SEM, FEI., Oregon, ABD) analizi ile birlikte belirlendi ve Ki-kare testi kullanılarak istatistiksel olarak değerlendirildi.

Ortalama FPBD açısından P (37.15 \pm 14.36) ve R (37.49 \pm 15.58) siman grupları arasındaki fark anlamlı bulunmadı (P = 0.887). Yüzey işlemleri arasındaki fark, GHF (40,63 \pm 11,23), Z (35,63 \pm 13,98) ve CC (32,2 \pm 12,72) gruplarına göre C (25,96 \pm 8,14) grubu için anlamlı oranda düşük ve Sb (52,16 \pm 14,1) grubu için anlamlı oranda yüksek bulundu (P< 0,05). Z (35,63 \pm 13,98), GHF (40,63 \pm 11,23) ve CC (32,2 \pm 12,72) grupları arasındaki ortalama FPBD farkı istatistiksel olarak anlamlı bulunmadı (P> 0,05). C grubuna ilişkin ortalama FPBD incelendiğinde, P grubu (29,66 \pm 8,76), R grubundan (22,26 \pm 5,71) anlamlı oranda (P= 0,038) yüksek bulundu. Diğer yüzey işlemi gruplarında simanlar arası FPBD istatistiksel olarak farklı bulunmadı (P> 0,05). Siman ana gruplarında yüzey işlemi alt gruplarından bağımsız olarak yüzeylerdeki kırık tiplerine ilişkin P ve R grupları arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır (P= 0,027). P ve R grupları içindeki kırık tiplerinin %50'den fazlası kombine dir (m). Kontrol (C) grubu içindeki kırık tiplerinin %65'i adezivdir (a). Kumlama (Sb) ve Zirkonya primeri (Z) gruplarındaki kırık tiplerinin %50'den fazlası m'dir. Glaze + HF (GHF) ve Arayüz cam seramiği (Crystall.Connect) (CC) gruplarındaki kırık tiplerinin de %45'ten fazlası k ya da m'dir. Yüzey işlemi alt gruplarında siman ana grupları arası fark incelendiğinde CC grubunda P (a= % 0, k= % 30 ve m= %70) ve R (a= % 40, k= % 40 ve m= % 20) simanları arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlıdır (P= 0,03).

Kullanılan siman tipine bağlı olmaksızın en yüksek FPBD ve koheziv kırık tipi oranı kumlama grubunda görüldü. Kumlamanın zirkonya yüzeyinde hasar veren etki oluşturma olasılığı nedeni ile simantasyon öncesi zirkonyanın internal yüzeyine glazür tabakası ve

hidroflorik asit uygulaması zirkonyanın adeziv simantasyon protokolü için bir alternatif olarak görülebilir.

ABSTRACT

Effect of Different Surface Treatment Methods on Bond Strength of Zirconia and Resin Cement

Zirconia possesses an adhesion problem to different substrates during dental applications despite of its superior performance as a framework material for fixed dental prostheses. Therefore, several methods and materials have been investigated to roughen the surface of zirconia and improve bonding performance to the luting cements. In this in vitro study, different zirconia surface treatments were applied to the specimens before cementation in order to improve the bonding performance of zirconia framework to the luting resin and four point bending tests (FPB) were performed and the obtained results were compared.

In the present study, two hundred bar specimens (N=200) (luted assemblies= 100) (2mm x 5mm x 25mm) were prepared for FBT from zirconia blocks (VITA In-Ceram YZ, Vita Zahnfabrik, Germany). The specimens were divided into two luting resin cement groups (Panavia F 2.0, Kuraray Medical, Tokyo, Japan (P); Rely X U-200, 3M/Espe, Irvine, CA, USA (R)) and five surface treatment subgroups (untreated control (C), airborne particle abrasion with 50 μm Al₂O₃ particles (Sb), zirconia primer (Z-Prime, Bisco, Schaumburg, IL, USA) (Z), glaze ceramic (Crystall.Glaze spray, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) + hydrofluoric acid (GHF), fusion glass-ceramic (Crystall.Connect, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein(CC)) (n= 10/group). After ultrasonic cleaning for 15 min in ethanol and deionized water; the zirconia specimens were luted edge-to-edge according to each manufacturer's instructions by using a custom made stainless steel mould to standardize luting cement thickness. The resin-cements were light-cured for 40 seconds (Bluephase, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Four-point bending tests were performed in a universal testing machine (Autograph, Shimadzu, Japan, cross-head speed: 0,5 mm/min). The bond strength values (MPa \pm SD) were recorded and statistically analyzed (ANOVA, Bonferroni, Dunnett-C, T-test; $\alpha=0.05$). The fracture sites were examined with an

environmental scanning electron microscopy (ESEM) (Quanta 250 FEG SEM , FEI., Oregon, USA). The fracture types were determined by using a light microscopy (Eclipse ME600 Light Microscopy, Nikon, Melville, NY, ABD) and EDS analysis (Quanta 250 FEG SEM , FEI., Oregon, USA) and Chi-Square test was used for statistical analysis.

The mean values (MPa \pm SD) for P (37.15 ± 14.36) and R (37.49 ± 15.58) cements were not significantly different ($p = 0.887$). Differences among surface treatments were significantly lower for C (25.96 ± 8.14) and higher for Sb (52.16 ± 14.1) than GHF (40.63 ± 11.23), Z (35.63 ± 13.98) and CC (32.2 ± 12.72) ($P < 0.05$). No significant differences were observed among luting cements and surface conditioning groups excluding group C ($P > 0.05$). In group C, FPB values for P were significantly higher (29.66 ± 8.76) than R (22.26 ± 5.71) ($p = 0.038$). The differences of FPB values among Z (35.63 ± 13.98) GHF (40.63 ± 11.23) and CC (32.2 ± 12.72) were insignificant ($p > 0.05$).

Fracture types of P and R cement groups were significantly different ($P = 0.027$) independent of the surface treatment subgroups. Fracture types of P and R groups were mixed (m) ($> 50\%$). Control (C) group's fracture type was mainly adhesive (65%) (a). Sandblasting (Sb) and zirconia primer (Z) groups revealed mainly mixed failures ($> 50\%$). Fracture types of Glaze + HF (GHF) and fusion glass-ceramic (Crystall.Connect) (CC) groups were either cohesive (c) or mixed ($> 45\%$). The differences among luting cement groups and surface treatment subgroups revealed that differences between CC group and P (a=0%, c= 30% and m= 70%) and R (a= 40%, c= 40% and m= 20%) cements were significant ($P = 0.03$).

Sandblasting resulted in highest bond strengths and cohesive type of failure rate regardless of the cement type used. Considering possible defective effects of sandblasting on zirconia surfaces; application of glaze layer and hydrofluoric acid to zirconia before cementation might be an alternative for adhesive cementation protocols for zirconia.

ÖZGEÇMİŞ

23.04.1986 yılında Kayseri’de doğdum. İlköğretim öğrenimimi Nasrettin Hoca İlköğretim Okulu’nda, lise öğrenimimi Dede Korkut Anadolu Lisesi’nde gördüm. 2004 yılında girdiğim Ondokuz Mayıs Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi’nden 2005 yılında İstanbul Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi’ne yatay geçiş yaptım ve 2009 yılında mezun oldum. 2009 yılında Ege Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı’nda doktora programına başladım. Yabancı dilim İngilizce’dir.

BÖLÜM VII

KAYNAKLAR

1. Aboushelib M.N., Feilzer A.J., Kleverlaan C.J. (2010). Bonding to zirconia using a new surface treatment, *J Prosthodont*, 19: 340–346.
2. Aboushelib M.N., Kleverlaan C.J., Feilzer A.J. (2008). Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics, *J Prosthodont*, 17: 401–8.
3. Akgungor G., Sen D., Aydin M. (2008). Influence of different surface treatments on the short-term bond strength and durability between a zirconia post and a composite resin core material, *J Prost Dent*, 99: 388–399.
4. Amaral R., Ozcan M., Bottino M.A. (2006). Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: The effect of surface conditioning, *Dent Mater*, 22: 283-290.
5. Amaral R., Ozcan M., Valandro L.F., Balducci I., Bottino M.A. (2008). Effect of conditioning methods on the microtensile bond strength of phosphate monomer-based cement on zirconia ceramic in dry and aged conditions, *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, Apr; 85(1): 1-9.
6. Anusavice K.J. (1993). Recent developments in restorative dental ceramics, *JADA*, 124: 72-84.
7. Anusavice K.J., Kakar K., Ferree N. (2007). Which mechanical and physical testing methods are relevant for predicting the clinical performance of ceramic-based dental prostheses?, *Clin. Oral Impl. Res.*, 18(3): 218–231.
8. Armstronga S., Geraldeli S., Maiab R., Raposoc L.H.A., Soaresc C.J., Yamagawa J. (2010). Adhesion to tooth structure: A critical review of “micro” bond strength test methods, *Dent Mater*, Feb; 26(2): 50-62.

9. Ardlin B.I. (2002). 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*, 18:590–595.
10. ASTM International. Designation: C1674 – 11. Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics with Engineered Porosity (Honeycomb Cellular Channels) at Ambient Temperatures. 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, Pennsylvania, ABD.
11. Atsu S.S., Lilicarlan M.A., Kucukesmen H.C., Aka P.S. (2006). Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin, *J Prosthet Dent*, 95: 430–436.
12. Awliya W., Oden A., Yaman P., Dennison J.B., Razzoog M.E. (1998). Shear bond strength of a resin cement to densely sintered high-purity alumina with various surface conditions, *Acta Odontol Scand*, 56: 9-13.
13. Ban S., Anusavice K.J. (1990) Influence of Test Method on Failure Stress of Brittle Dental Materials, *J Dent Res*, 69(12): 1791-1799.
14. Berenbaum R., Brodie I. (1959). Measurement of the tensile strength of brittle materials, *Br J Appl Physics*, 10: 281-287.
15. Blatz M.B., Chiche G., Holst S., Sadan A. (2007). Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia, *Quintessence Int*, 38: 745–753.
16. Blatz M.B., Sadan A., Martin J., Lang B. (2004). 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*, 91: 356-362.
17. Bottino M.A., Valandro L.F., Scotti R., Buso L. (2005). Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic, *Int J Prosthodont*, 18: 60–65.
18. Boulouz M., Boulouz A., Giani A., Boyer A. (1998). Influence of substrate temperature and target composition on the properties of yttria-stabilized zirconia thin films grown by r.f. reactive magnetron sputtering, *Thin Solid Films*, 232: 85–92.

19. Braga R.R., Meira J.B.C., Boaro L.C.C., Xavier T.A. (2010). Adhesion to tooth structure: A critical review of “macro” test methods., *Dent Mater*, 26(2): 38-49.
20. Burger W., Richter H.G., Piconi C., Vatteroni R., Cittadini A., Boccalari M. (1997). New Y-TZP powders for medical grade zirconia, *J Mater Sci Mater Med*, 8: 113–8.
21. Burrow M.F., Thomas D., Swain M.V., Tyas M.J. (2004). Analysis of tensile bond strengths using Weibull statistics, *Biomaterials*, 25: 5031–5.
22. Cales B. (1998). Colored zirconia ceramics for dental applications, In: LeGeros R.Z., Legeros J.P., editors. *Bioceramics*. New York: World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd.
23. Cales B. (2000). Zirconia as a sliding material: histologic, laboratory, and clinical data, *Clin Orthop*, 1: 94–112.
24. Capannesi G., Sedda A.F., Piconi C., Greco F. (1992). Radioactivity measurements of zirconia powders, *Bioceramics and the Human Body*, Elsevier Applied Science: 211–216.
25. Caracoché M., Dova M., Lopez Garcia A., Martinez J., Rivas P. (1988). Hyperfine interaction of ZrO₂ tetragonal phase, *Hyp Int*, 39: 117–121.
26. Carter J.M., Al-Mudafar J., Sorensen S.E. (1979). Adherence of a nickel-chromium alloy and porcelain, *J Prosthet Dent*, 41: 167-72.
27. Casucci A., Monticelli F., Goracci C., Mazzitelli C., Cantoro A., Papacchini F., Ferrari M. (2011). Effect of surface pre-treatments on the zirconia ceramic–resin cement microtensile bond strength, *Dent Mater*, 27: 1024–1030.
28. Casucci A., Osorio E., Osorio R., Monticelli F., Toledano M., Mazzitelli C., Ferrari M. (2009). Influence of different surface treatments on surface zirconia frameworks, *J Dent*, 37: 891–897.
29. Cattell M.J., Chadwick T.C., Knowles J.C., Clarke R.L. (2009). The development and testing of glaze materials for application to the fit surface of dental ceramic restorations, *Dent Mater*, 25: 431–441.

30. Charalambides P.G., Lund J., Evans A.G. and McMeeking R.M. (1989). A test specimen for determining the fracture resistance of bimaterial interfaces, *Journal of Applied Mechanics*, 56: 77-82.
31. Chevalier J., Cal`es B., Drouin J.M. (1999). Low-temperature aging of Y-TZP ceramics, *J Am Ceram Soc*, 82(8): 2150–4.
32. Chevalier J., Deville S., Munch E., Jullian R., Lair F. (2004). Critical effect of cubic phase on aging in 3 mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis, *Biomaterials*, 25:5539–45.
33. Chevalier J. (2006). What future for zirconia as a biomaterial?, *Biomaterials*, 27: 535–543.
34. Christel P., Meunier A., Heller M., Torre J.P., Peille C.N. (1989). Mechanical properties and short-term in vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia, *J Biomed Mater Res*, 23: 45–61.
35. Chong K.H., Chai J., Takahashi Y., Wozniak W. (2002). Flexural strength of in-ceram alumina and in-ceram zirconia core materials, *Int J Prosthodont*, 15: 183-188.
36. Clarke I.C., Manaka M., Green D.D., Williams P., Pezzotti G., Kim Y.H., et al. (2003). Current status of zirconia used in total hip implants, *J Bone Joint Surg Am*, 85(4): 73–84.
37. Cox J.D., Wagman D.D., Medvedev V.A. Codata. (1989) Key Values for Thermodynamics. New York: Hemisphere Publishing Corp.
38. Creugers N.H., Kayser A.F., van't Hof M.A. (1994). A meta-analysis of durability data on conventional fixed bridges, *Community Dent Oral Epidemiol Dec*, 22(6): 448-52.
39. Cura C., Ozcan M., Isik G., Saracoglu A. (2011). Comparison of alternative adhesive cementation concepts for zirconia ceramic: glaze layer vs zirconia primer, *J Adhes Dent*, 13.
40. Davidge, R.W. (1979). Mechanical behaviour of ceramics, Cambridge solid state science series, Cambridge Univ. Pres, Cambridge, İngiltere.

41. De Aza A.H., Chevalier J., Fantozzi G., Schehl M., Torrecillas R. (2002). Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses, *Biomaterials*, 23: 937–945.
42. De Oliveira Hein L.R., de Campos K.A., de Oliveira Caltabiano P.C.R. (2012). Low voltage and variable-pressure scanning electron microscopy of fractured composites, *Micron*, 43: 1039–1049.
43. De Souza G.M.D., Thompson V.P., Braga R.R. (2011). Effect of metal primers on microtensile bond strength between zirconia and resin cements, *J Prosthet Dent*, 105: 296-303.
44. Denry I., Kelly J.R. (2008). State of the art of zirconia for dental applications, *Dent Mater*, 24: 299–307.
45. Derand P., Derand T. (2000). Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics, *Int J Prosthodont*, 13: 131-5.
46. Derand T., Molin M., Kvam K. (2005). Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces, *Dent Mater*, 21: 1158–1162.
47. Deutsches Institut für Normung e.V., editor. DIN EN 843 - Hochleistungskeramik. Berlin: Beuth Verlag; 2008.
48. Deville S., Chevalier J., Fantozzi G., Bartolome J., Requena J., Moya J., et al. (2003). Low-temperature ageing of zirconia-toughened alumina ceramics and its implication in biomedical implants, *J Eur Ceram Soc*, 23: 2975–82.
49. Deville S., Chevalier J., Fantozzi G., Bartolome J.F., Requena J., Moya J.S., et al. (2004). Development of advanced zirconia-toughened alumina nanocomposites for orthopaedic applications, *Euro Ceram*, Viii(1–3): 2013–6.
50. Deville S., Chevalier J., Gremillard L. (2006). Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia, *Biomaterials*, 27(10): 2186–5192.

51. Deville S., Gremillard L., Chevalier J., Fantozzi G. (2005). A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia, *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 72: 239–245.
52. Deville S., Guenin G., Chevalier J. (2004). Martensitic transformation in zirconia. Part I. Nanometer scale prediction and measurement of transformation induced relief, *Acta Biomater*, 52: 5697–5707.
53. Drummond J.L. (2003). Ceramic behavior under different environmental and loading conditions, In: Eliades G., Eliades T., Brantley W.A., Watts D.C. *Dental materials in vivo: aging and related phenomena*, Carol stream: Quintessence Publ. Co. Inc. p.35-45.
54. Edelhoff D., Sorensen J. (2002). Light transmission through all-ceramic framework and cement combinations, (abstract 1179) *J Dent Res*, 81(special issue): 81.
55. Eichler A. (2001). Tetragonal Y-doped zirconia: structure and ion conductivity, *Phys Rev B*, 64: 174103–8.
56. Erdem A. (2011). Farklı Yüzey İşlemleri Uygulanmış Y-Tzp Alt Yapı Malzemesinin Rezin Simanlarla Bağ Dayanımının İncelenmesi, *Doktora Tezi*, E.Ü. Sağlık Bilimleri Enstitüsü, 33-34.
57. Ernst C.P., Cohnen U., Stender E., Willershausen B. (2005). In vitro retentive strength of zirconium oxide ceramic crowns using different luting agents, *J Prosthet Dent*, 93: 551–558.
58. ESPE (1998). *Clinical Report Product Dossier CoJet*; No:3.
59. Fantozzi G., Chevalier J., Guilhot B. (2001). Processing microstructure and thermomechanical behavior of ceramics, *Adv Eng Mater*, 3: 563–9.
60. Fairhurst C.W., Lockwood P.E., Dingle R.D., Thompson W.O. (1992). The effect of glaze on porcelain strength, *Dent Mater*, 8: 203-207.
61. Filser F.T. (2001). *Direct ceramic machining of dental restorations*, Ph.D. thesis. Zurich: Swiss Federal Institute of Technology Zurich.

62. Filser F.T., Kocher P., Gauckler L.J. (2003). Net-shaping of ceramic components by direct ceramic machining, *Assembly Autom*, 23: 382–90.
63. Fischer-Brandies E., Pratzel H., Wendt T. (1991). Radioactive burden resulting from zirconia implants, *Dtsch Zahnarztl Z*, 46: 688–690.
64. Fischer J., Stawarczyk B., Hammerle C.H.F. (2008). Flexural strength of veneering ceramics for zirconia, *J Dent*, 36: 316–321.
65. Garvie R.C., Nicholson P.S. (1972). Structure and thermomechanical properties of partially stabilized zirconia in the CaO-ZrO₂ System, *J Amer Ceram Soc*, 55: 152–157.
66. Giordano R.A., Pelletier L., Campbell S., Pober R. (1995). Flexural strength of an infused ceramic, glass ceramic, and feldspathic porcelain, *J Prosthet Dent*, 73: 411–418.
67. Gomes A.L., Oyague R.C., Lynch C.D., Montero J., Albaladejo A. (2012). Influence of sandblasting granulometry and resin cement composition on microtensile bond strength to zirconia ceramic for dental prosthetic frameworks, *J Dent*, Sep 26. pii: S0300-5712(12)00272-2. doi: 10.1016/j.jdent.2012.09.013. [Epub ahead of print].
68. Gotti V.B., Filho S.C., Shimano M.M., Borges G.A., Borges L.H., Gonçalves L.S. (2011). Influence of ceramic primers on microshear bond strength between resin cements and zirconia-based ceramic, *Braz J Oral Sci*, 10(1): 124-129.
69. Göstemeyer G., Jendras M., Dittmer M.P., Bach F.W., Stiesch M., Kohorst P. (2010). Influence of cooling rate on zirconia/veneer interfacial adhesion, *Acta Biomaterialia*, 6(12): 4532–4538.
70. Göstemeyer G., Jendras M., Dittmer M.P., Bach F.W., Stiesch M., Kohorst P. (2010). Influence of cooling rate on zirconia/veneer interfacial adhesion, *Acta Bio*, 6: 4532–4538.
71. Granjon H. (1991). *Fundamentals of welding metallurgy*, Abington Publishing, Cambridge, UK, 192-206.

72. Grant K.L., Rawlings R.D., Sweeney R. (2001). Effect of HIPping, stress and surface finish on the environmental degradation of Y-TZP ceramics, *J Mater Sci: Mater Med*, 12: 557–64.
73. Green D., Hannink R., Swain M. (1988). Transformation toughening of ceramics, Boca Raton, FL: CRC Press.
74. Guazzato M., Albakry M., Ringer S.P., Swain M.V. (2004). Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics, *Dent Mater*, 20: 449–56.
75. Guazzato M., Albakry M., Swain M.V., Ironside J. (2002). Mechanical properties of in-ceram alumina and in-ceram zirconia, *Int J Prosthodont*, 15: 339-346.
76. Guazzato M., Albakry M., Swain M.V., Ringer S.P. (2003). Microstructure of alumina and alumina/zirconia-glass infiltrated dental ceramics, *Bioceramics*, 15: 879–82.
77. Guazzato M., Albakry M., Quach L., Swain M.V. (2005). Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced dental ceramic, *Dent Mater*, 21: 454–63.
78. Guazzato M., Proos K., Quach L., Swain M.V. (2004). Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics, *Biomaterials*, 25: 5045–5052.
79. Guazzato M., Quach L., Albakry M., Swain M.V. (2005). Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic, *J Dent*, 33: 9-18.
80. Guess P.C., Zhang Y., Kim J.W., Rekow E.D., Thompson V.P. (2010). Damage and reliability of Y-TZP after cementation surface treatment, *J Dent Res*, 89(6): 592-596.
81. Gupta T.K., Lange F.F., Bechtold J.H. (1978). Effect of stress-induced phase transformation on the properties of polycrystalline zirconia containing metastable tetragonal phase, *J Mater Sci*, 13: 1464–1470.
82. Hafner B. Energy dispersive spectroscopy on the sem: a primer, Characterization Facility, University of Minnesota—Twin Cities.

83. Hammad I.A., Talic Y.F. (1996). Designs of bond strength tests for metal-ceramic complexes: review of the literature, *J Prosthet*, 75(6): 602-8.
84. Hannink R.H.J., Howard C.J., Kisi E.H., Swain M.V. (1994). Relationship between fracture toughness and phase assemblage in Mg-PSZ, *J Am Ceram Soc*, 77: 571-9.
85. Hannink R.H.J., Kelly P.M., Muddle B.C. (2000). Transformation toughening in zirconia-containing ceramics, *J Am Ceram Soc*, 83: 461-87.
86. Hansson O., Moberg L.E. (1993). Evaluation of three silicoating methods for resin bonded prosthesis, *Scand J Dent Res*, 101: 243-251.
87. Heffernan M.J., Aquilino S.A., Diaz-Arnold A.M., Haselton D.R., Stanford C.M., Vargas M.A. (2002). Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: core materials, *J Prosthet Dent*, 88: 4-9.
88. Heffernan M.J., Aquilino S.A., Diaz-Arnold A.M., Haselton D.R., Stanford C.M., Vargas M.A. (2002). Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II: core and veneer materials, *J Prosthet Dent*, 88: 10-15.
89. Heindl R., Cales B. (24-28 April 1992). Radioactivity of zirconia ceramic used for femolar heads, *Trans 4th World Biomater Cong*, Berlin, 14.
90. Herrguth M., Wichmann M., Reich S. (2005). The aesthetics of all-ceramic veneered and monolithic CAD/CAM crowns, *J Oral Rehabil*, 32: 747-752.
91. Heuer A.H., Lange F.F., Swain M.V., Evans A.G. (1986). Transformation toughening: an overview, *J Am Ceram Soc*, 69: i-iv.
92. Heuer A.H. (1987). Transformation toughening in ZrO₂-containing ceramics, *J Am Ceram Soc*, 70: 689-98.
93. Huang H., Liu Y.C. (2003). Experimental investigations of machining characteristics and removal mechanisms of advanced ceramics in high speed deep grinding, *Int J Mach Tool Manuf*, 43: 811-23.
94. Huang H. (2003). Machining characteristics and surface integrity of yttria stabilized tetragonal zirconia in high speed deep grinding, *Mater Sci Eng A: Struct*, 345:155-63.

95. Ichikawa Y., Akagawa Y., Nikai H., Tsuru H. (1992). Tissue compatibility and stability of a new zirconia ceramic in vivo, *J Prosthet Dent*, 68: 322–326.
96. Jin J., Takahashi H., Iwasaki N. (2004). Effect of test method on flexural strength of recent dental ceramics, *Dent Mater*, 23(4): 490-496.
97. Jones D.W., Jones P.A., Wilson H.J. (1972). The relationship between transverse strength and testing methods for dental ceramics, *J Dent*, 1: 85–91.
98. Karakoca S., Yılmaz H. (2006). Zirconium and use in fixed dentures, *Atatürk Üniv. Diş Hek. Fak. Derg.*, Supply: 36-44
99. Kelly J.R. (2004). Dental ceramics: current thinking and trends, *Dent Clin N Am*, 48: 513-530.
100. Kelly J.R., Denry I. (2008). Stabilized zirconia as a structural ceramic: An overview, *Dent Mater*, 24: 289–298.
101. Kern M., Thompson Y.P. (1994). Sandblasting and silica coating of a glass- infiltrated alumina ceramic: Volume loss, morphology and changes in the surface composition, *J Prosthet Dent*, 71: 453-61.
102. Kern M., Wegner S.M. (1998). Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability, *Dent Mater*, 14: 64–71.
103. Kitayama S., Nikaido T., Maruoka R., Zhu L., Ikeda M., Watanabe A., Foxton R.M., Miura H., Tagami J. (2009). Effect of an internal coating technique on tensile bond strengths of resin cements to zirconia ceramics, *Dent Mater*, 28(4): 446–45.
104. Kobayashi K., Kuwajima H., Masaki T. (1981). Phase change and mechanical properties of ZrO_2 - Y_2O_3 solid electrolyte after aging, *Solid State Ionics*, 3/4: 489–95.
105. Koizumi H., Nakayama D., Komine F., Blatz M.B., Matsumura H. (2012). Bonding of resin-based luting cements to zirconia with and without the use of ceramic priming agents, *J Adhes Dent*, 14: 385–392.

106. Komine F., Kobayashi K., Saito A., Fushiki R., Koizumi H., Matsumura H. (2009). Shear bond strength between an indirect composite veneering material and zirconia ceramics after thermocycling, *J Oral Sci*, 51: 629-634.
107. Kosmac T., Oblak C., Jevnikar P., Funduk N., Marion L. (1999). The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic, *Dent Mater*, 15: 426–33.
108. Kosmac T., Oblak C., Jevnikar P., Funduk N., Marion L. (2000). Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics, *J Biomed Mater Res*, 53: 304–13.
109. Kumbuloglu O., Lassila L.V.J., User A., Vallittu P.K. (2006). Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasion methods, *Oper Dent*, 31: 248–255.
110. Kwon J.E., Lee S.H., Lim H.N., Kim H.S. (2009). Bonding characteristics between zirconia core and veneering porcelain, *J Dent*, doi:10.1016.
111. Lange F.F. (1982). Transformation toughening. Part 4. Fabrication, fracture-toughness and strength of Al_2O_3 - ZrO_2 composites, *J Mater Sci*, 17:247–54.
112. Lange F.F. (1982). Transformation toughening. Part 5. Effect of temperature and alloy on fracture-toughness, *J Mater Sci*, 17: 255–62.
113. Lange F.F., Dunlop G.L., Davis B.I. (1986). Degradation during aging of transformation toughened ZrO_2 - Y_2O_3 materials at 250 °C, *J Am Ceram Soc*, 69(3): 237.
114. Lawson S. (1995). Environmental degradation of zirconia ceramics, *J Eur Ceram Soc*, 15:485–502.
115. Leach C.A. (1987). Sintering of magnesium partially-stabilized zirconia behavior of an impurity silicate phase, *Mater Sci Technol*, 3: 321–4.
116. Lehmann F., Kern M. (2009). Durability of Resin Bonding to Zirconia Ceramic Using Different Primers, *J Adhes Dent*, 11: 479-483.

117. Lindemann W. (2000). Dentalkeramiken-mineralogisch betrachtet. ZMK, 5: 280–285.
118. Liu S.Y., Chen I.W. (1991). Fatigue of yttria-stabilized zirconia. I. Fatigue damage, fracture origins, and lifetime prediction, J Am Ceram Soc, 74:1197–205.
119. Luthardt R.G., Holzhueter M.S., Rudolph H., Herold V., Walter M.H. (2004). CAD/CAM-machining effects on Y-TZP zirconia, Dent Mater, 20: 655–662.
120. Magne P., Paranhos M.P.G., Burnett Jr L.H. (2010). New zirconia primer improves bond strength of resin-based cements, Dent Mater, 26: 345–352.
121. Malkoç M.A., Sevimay M. (2009). Zirconium and clinical applications in prosthodontic dentistry, SÜ Dişhek Fak Derg, 18: 208-216.
122. Matinlinna J.P., Heikkinen T., Ozcan M., Lassila L.V., Vallittu P.K. (2006). Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes, Dent Mater, 22: 824–31.
123. Matinlinna J.P., Lassila L.V.J., Vallittu P.K. (2006). The effect of a novel silane blend system on resin bond strength to silica-coated ti substrate, J Dent Res, 34: 436–443.
124. Messing G.L., Hirano S., Gauckler L. (2006). Ceramic processing science, J Am Ceram Soc, 89(6): 1769–70.
125. Mestres P., Pütz N., de las Heras S.G.G., Poblete E.G., Morguet A., Laue M. (2011). The surface topography of the choroid plexus. Environmental, low and high vacuum scanning electron microscopy, Annals of Anatomy, 193: 197–204.
126. McKinlay K., Allison F.J., Scotchford C., Grant D.M., Oliver J.M., King J.R., Wood J.V., Brown P.D. (2004). Comparison of environmental scanning electron microscopy with high vacuum scanning electron microscopy as applied to the assessment of cell morphology, J Biomed Mater Res A, 69(2): 359–366.
127. McLaren E.A. Sorensen J.A. (1994). Fabrication of conservative ceramic restorations using copy-milling technology, Quintessence Dent. Tech, 17: 19-25

128. McLean J.W. (1979). The science and art of dental ceramics, Vol:1 Quintessence Pub. Co. Inc. Chicago.
129. Miragaya L., Maia L.C., Sabrosac C.E., de Goes M.F., da Silva E.M. (2011). Strength to yttria-stabilized zirconia ceramic (Y-TZP) using four surface treatments, *J Adhes Dent*, 13: 473–480.
130. Mirmohammadi H., Aboushelib M.N., Kleverlaan C.J., de Jager N., Feilzer A.J. (2010). The influence of rotating fatigue on the bond strength of zirconia-composite interfaces, *Dent Mater*, 26: 627–633.
131. Mirmohammadi H., Aboushelib M.N., Salameh Z., Kleverlaan C.J., Feilzer A.J. (2010). Influence of enzymatic and chemical degradation on zirconia resin bond strength after different surface treatments, *Am J Dent*, 23(6): 327–30.
132. Monaco C., Cardelli P., Scotti R., Valandro L.F. (2011). Pilot evaluation of four experimental conditioning treatments to improve the bond strength between resin cement and y-tzp ceramic, *J Prosthodont*, 20: 97–100.
133. Morhofer O., Kobus B. (2011). A lasting connection: Esthetic implant-borne single-tooth restorations: Part 2, *International Dentistry Sa*, 13(3): 54-62.
134. Munoz-Saldana J., Balmori-Ramirez H., Jaramillo-Vigueras D., Iga T., Schneider G.A. (2003). Mechanical properties and low temperature aging of tetragonal zirconia polycrystals processed by hot isostatic pressing, *J Mater Res*, 2415-2426.
135. Muscariello L., Rosso F., Marino G., Giordano A., Barbarisi M., Cafiero G., Barbarisi A. (2005). A critical overview of esem applications in the biological field. *J Cellular Physio*, 205: 328–334.
136. Nakayama D., Koizumi H., Komine F., Blatz M.B., Tanoue N., Matsumura H. (2010). Adhesive bonding of zirconia with single-liquid acidic primers and a tri-n-butylborane initiated acrylic resin, *J Adhes Dent*, 12: 305-310.
137. Ntala P., Chen X., Niggli J., Cattell M. (2010). Development and testing of multi-phase glazes for adhesive bonding to zirconia substrates, *J Dent*, 38: 773–781.

138. O'Brien W.J. (1997). *Dental materials and their selection*, 2nd edition, Quintessence Pub Co Inc, Carol Stream, Illinois.
139. Osman S.A., McCabe J.F., Walls A.W. (2006). Film thickness and rheological properties of luting agents for crown cementation, *Eur J Prosthodont Restor Dent*, 14: 23-7.
140. Ozcan M., Nijhuis H., Valandro L.F. (2008). 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*, 27: 99–104.
141. Ozcan M. (2002). The use of chairside silica coating for different dental applications: A clinical report, *J Prosthet Dent*, 87: 469–472.
142. Ozcan M., Vallittu P.K. (2003). Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics, *Dent Mater*, 19: 725-731.
143. Ozcan M., Dündar M., Çömlekoğlu M.E. (2012). Adhesion concepts in dentistry: tooth and material aspects, *J Adhes Sci Technol*, 1-21, DOI:10.1080/01694243.2012.691038.
144. Owen S. (1995). *Application of Transformation-Toughened Zirconia Ceramics as Bioceramics* [thesis], Sydney: University of New South Wales.
145. Pantano C.G., Kelso J.F. (1984). Chemical analysis of fracture surfaces, *Fractography of Ceramic and Metal Failures*, ASTM STP 827: 139-156.
146. Peutzfeldt A., Asmussen E. (1988). Silicoating. Evaluation of a new method of bonding composite resin to metal, *Scand J Dent Res*, 96: 171–176.
147. Phark J.H., Duarte S., Blatz M., Sadan A. (2009). An in vitro evaluation of the long-term resin bond to a new densely sintered high-purity zirconium-oxide ceramic surface, *J Prosthet Dent*, 101(1): 29-38.
148. Philips R.W. (1991). *Skinner's science of dental materials*, W.B. Saunders Company, 9th Edition, Philadelphia.

149. Piascik J.R., Thompson J.Y., Swift E.J., Grego S., Stoner B.R. (2009). Surface modification for enhanced silanation of high strength ceramics, *Dent Mater*, 25: 1116–1121.
150. Piconi C., Maccauro G. (1999). Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*, 20: 1–25.
151. Piwowarczyk A., Lauer H.C., Sorensen J.A. (2005). The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments, *Oper Dent*, 30: 382–388.
152. Placido E., Meira J.B., Lima R.G., Muench A., de Souza R.M., Ballester R.Y. (2007). Shear versus micro-shear bond strength test: a finite element stress analysis, *Dent Mater*, 23: 1086–92.
153. Porter D.L., Heuer A.H. (1977). Mechanisms of toughening partially stabilized zirconia (PSZ), *J Am Ceram Soc*, 60: 183–4.
154. Qeblawi D.M., Muñoz C.A., Brewer J.D., Monaco E.A. Jr. (2010). The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement, *J Prosthet Dent*, 103:210-20.
155. Øilo G. (1988). Flexural strength and internal defects of some dental porcelains, *Acta Odont Scand*, 46: 313–322.
156. Raigrodski A.J. (2004). Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: A review of the literature, *J Prosthet Dent*, 92: 557-62.
157. Ratner B.D. (2005). Surface analysis of biomaterials and biomineralization, *Learning from Nature How to Design New Implantable Biomaterials: From Biomineralization Fundamentals to Biomimetic Materials and Processing Routes*, NATO Science Series II: Mathematics, Physics and Chemistry, 171: 75-85.
158. Re D., Augusti D., Augusti G., Giovannetti A. (2012). Early bond strength to low-pressure sandblasted zirconia: evaluation of a self-adhesive cement, *Eur J Esthet Dent*, 7(2): 164-175.

159. Reich S., Hornberger H. (2002). The effect of multicolored machinable ceramics on the esthetics of all-ceramic crowns, *J Prosthet Dent*, 88: 44–49.
160. Reich S., Wichmann M., Nkenke E., Proeschel P. (2005). Clinical fit of all-ceramic three-unit fixed partial dentures, generated with three different CAD/CAM systems, *Eur J Oral Sci*, 113: 174-179.
161. Ruiz L., Readey M.J. (1996). Effect of heat-treatment on grain size, phase assemblage, and mechanical properties of 3 mol% Y-TZP, *J Am Ceram Soc*, 79: 2331–40.
162. Sadek F.T., Muench A., Poiate I.A., Poiate Junior E., Cardoso P.E.C. (2010). Influence of specimens' design and manufacturing process on microtensile bond strength to enamel – Laboratory and FEA comparison, *Materials Research*, 13(2): 253-260.
163. Sağırkaya C.E. (2010). Farklı alt yapı ve üst yapı oranlarının tüm seramik sistemlerinde bağ dayanımına etkisinin mekanik yöntemlerle araştırılması, Doktora Tezi, E.Ü. Sağlık Bilimleri Enstitüsü, 67-76.
164. Sarıdağ S. (2007). İnley destekli sabit parsiyel protezlerin kırılma dayanımlarının incelenmesi, Doktora Tezi, S.Ü. Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Konya, Türkiye.
165. Sato H., Yamada K., Pezzotti G., Nawa M., Ban S. (2008). Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment, *Dent Mater*, 27(3): 408-414.
166. Sato T.M.S. (1985). Transformation of yttria-doped tetragonal ZrO₂ polycrystals by annealing in water, *J Am Ceram Soc*, 68(6): 356–359.
167. Satoh Y., Niwa S. (1990). Tissue-Biomaterial Interface Characteristics of Zirconia Ceramics, *Bioceramics*, 3: 101–108.
168. Seghi R.R., Denry I.L., Rosenteil S.F. (1995). Relative fracture toughness and hardness of new dental ceramics, *J. Prosthet Dent*, 74: 145-150

169. Scherrer S., Cesar P.F., Swain M.V. (2010). Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: A critical literature review, *Dent Mater*, Feb; 26(2): 78-93
170. Scott H.G. (1975). Phase relationships in the zirconia–yttria system, *J Mater Sci*, 10: 1527–35.
171. Shelvin T.S., Lindenthal J.W. (1959). Modulus of rupture versus rate of loading, *American Ceramics Society Bulletin*, 38: 491–493.
172. Shipper G., Grossman E.S., Botha A.J., Cleaton-Jones P.E. (2004). Marginal adaptation of mineral trioxide aggregate (MTA) compared with amalgam as a root-end filling material: a low-vacuum (LV) versus high-vacuum (HV) SEM study, *J Int Endod*, 37: 325-336.
173. Siemens-Sirona. www.infinident.gb.com/ecomaXL/index.php site= INF_UK_presentation.
174. Staninec M., Kim P., Marshall G.W., Ritchie R.O., Marshall S.J. (2008) Fatigue of dentin–composite interfaces with four-point bend, *Dent Mater*, 24(6): 799–803.
175. Sun R., Suansuwan N., Kilpatrick N., Swain M. (2000). Characterisation of tribochemically assisted bonding of composite resin to porcelain and metal, *J Dent*, 28: 441–445.
176. Sundh A., Molin M., Sjögren G. (2005). Fracture resistance of yttrium oxide partially-stabilized zirconia all-ceramic bridges after veneering and mechanical fatigue testing, *Dent Mater*, 21: 476–82.
177. Sundh A., Sjogren G. (2006). Fracture resistance of all-ceramic zirconia bridges with differing phase stabilizers and quality of sintering, *Dent Mater*, 22: 778–84.
178. Suttor D., Hauptmann H., Schnagl R., Frank S., inventors; 3M Espe AG, assignee. (March 23,2004). Coloring ceramics by way of ionic or complex-containing solutions, US Patent 6, 709, 694.

179. Tada K., Sato T., Yoshinari M. (2012). Influence of surface treatment on bond strength of veneering ceramics fused to zirconia, *Dent Mater*, 31(2): 287–296.
180. Tanaka K., Tamura J., Kawanabe K., Nawa M., Oka M., Uchida M., et al. (2002). Ce-TZP/Al₂O₃ nanocomposite as a bearing material in total joint replacement, *J Biomed Mater Res*, 63: 262–70.
181. Technical Data Sheet, RelyX™ U200 Self-Adhesive Resin Cement, 3M ESPE, St. Paul, Mn, USA.
182. Thompson I., Rawlings R.D. (1990). Mechanical behaviour of zirconia and zirconia-toughened alumina in a simulated body environment, *Biomaterials*, 11: 505–508.
183. Thompson J., Stoner B., Piascik J., Smith R. (2011). Adhesion/ cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: Where are we now?, *Dent Mater*, 27(1): 71–82.
184. Tsukuma K., Shimada M. (1985). Strength, fracture toughness and Vickers hardness of CeO₂ -stabilized tetragonal ZrO₂ polycrystals (Ce-TZP), *J Mater Sci*, 20: 1178–84.
185. Tsukuma K. (1986). Mechanical properties and thermal stability of CeO₂ containing tetragonal zirconia polycrystals, *Am Ceram Soc Bull*, 65: 1386–9.
186. Tsuo Y., Yoshida K., Atsuta M. (2006). Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics, *Dent Mater*, 25(4): 669-674.
187. Van Noort R. (2002). *Introduction to Dental Materials*, Mosby, London.
188. Vagkopoulou T. et al. (2009). Zirconia in dentistry: part 2. Evidence-based clinical breakthrough, *Eur J Esthet Dent*, 4(4): 348-380.
189. Vagkopoulou T., Koutayas S.O., Koidis P., Strub J.R. (2009). Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic, *Eur J Of Esthet Dent*, 4(2): 2-23.

190. Valandro L.F., Ozcan M., Amaral R., Vanderlei A., Bottino M.A. (2008). Effect of testing methods on the bond strength of resin to zirconia-alumina ceramic: microtensile versus shear test, *Dent Mater*, 27(6): 849–855.
191. Wegner S.M., Gerdes W., Kern M. (2002). Effect of different artificial aging conditions on ceramic-composite bond strength, *Int J Prosthodont*, 15: 267–272.
192. Wegner S.M., Kern M. (2000). Long-term resin bond strength to zirconia ceramic, *J Adhes Dent*, 2: 139–147.
193. Wegner W. (8-11 Sept 1987). Histologic bone reactions after implantation of alumina and zirconia pins, *Transactions of the 7th European Conference on Biomaterials*, Amsterdam.
194. Wood D.J., Bubb N.L., Millar B.J., Dunne S.M. (1997). Preliminary investigation of a novel retentive system for hydrofluoric acid etching resistant dental ceramics, *J Prosthet Dent*, 78: 275–280.
195. Xible A.A., de Jesus Tavares R., de Araujo C.R.P., Bonachela W.C. (2006). Effect of silica coating and silanization on flexural and composite-resin bond strengths of zirconia posts: An in vitro study, *J Prosthet Dent*, 95: 224–229.
196. Yavuzyilmaz H., Turhan B., Bavbek B., Kurt E. (2005). Tam porselen sistemleri II, *G Ü Dişhek Fak Derg*, 22: 49-60.
197. Yoshida K., Tsuo Y., Atsuta M. (2006). Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler, *J Biomed Mat Res B Appl Biomater*, 77B: 28–33.
198. Yoshida K., Yamashita M., Atsuta M. (2004). Zirconate coupling agent for bonding resin luting cement to pure zirconium, *Am J Dent*, 17: 249–252.
199. Yoshimura M., Noma T., Kawabata K., Somiya S. (1987). Role of H₂O on the degradation process of Y-TZP, *J Mater Sci Lett*, 6: 456–457.
200. Zaimoğlu A., Can G. (2004). *Sabit Protezler*, A.Ü. Dişhek Fak Yayınları, Ankara.

201. Zeng K., Oden A.C., Rowcliffe D. (1996). Flexure tests on dental ceramics, *Int J Prosthodont*, 9: 434-439.
202. Zhai T., Xu Y.G., Martin J.W., Wilkinson A.J., Briggs G.A.D. (1999). A self-aligning four-point bend testing rig and sample geometry effect in four-point bend fatigue, *Int J Fatigue*, 21: 889-894.
203. Zhang S., Kocjan A., Lehmann F., Kosmac T., Kern M. (2010). Influence of contamination on resin bond strength to nano-structured alumina-coated zirconia ceramic, *Eur J Oral Sci*, 118: 396-403.
204. Zhang Y., Lawn B.R., Malament K., Thompson V.P., Rekow E.D. (2006). Damaging accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics, *Int J Prosthodont*, 19: 442-8.
205. Zhang Y., Lawn B.R., Rekow E.D., Thompson V.P. (2004). Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics, *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 71: 381-386.