



T.C.

AYDIN ADNAN MENDERES ÜNİVERSİTESİ
DİŞ HEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ
PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI
UZMANLIK TEZİ

**FARKLI KUMLAMA VE SİNERLEME
PROTOKOLLERİNİN VE YAPAY YAŞLANDIRMANIN
MONOLİTİK ZİRKONYANIN YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ,
FAZ DÖNÜŞÜMÜ VE EĞİLME DAYANIMI ÜZERİNE
ETKİSİ**

Dt. Ali Dođuş YILMAZ
UZMANLIK TEZİ

DANIŞMAN
Dr. Öğr. Üyesi Yener OKUTAN

AYDIN 2019

T.C.
AYDIN ADNAN MENDERES ÜNİVERSİTESİ
DİŞ HEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ
PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI
UZMANLIK TEZİ

FARKLI KUMLAMA VE SİNERLEME
PROTOKOLLERİNİN VE YAPAY YAŞLANDIRMANIN
MONOLİTİK ZİRKONYANIN YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ,
FAZ DÖNÜŞÜMÜ VE EĞİLME DAYANIMI ÜZERİNE
ETKİSİ

Dt. Ali Doęuş YILMAZ
UZMANLIK TEZİ

DANIŞMAN
Dr. Öğr. Üyesi Yener OKUTAN

Bu tez Aydın Adnan Menderes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından DHF-18003 proje numarası ile desteklenmiştir.

AYDIN 2019

KABUL VE ONAY SAYFASI

Protetik Diş Tedavisi Uzmanlık Programı çerçevesinde yürütülmüş olan bu çalışma aşağıdaki jüri tarafından 'Diş Hekimliğinde Uzmanlık Tezi' olarak kabul edilmiştir.

Tez Savunma Tarihi: 02/05/2019

Jüri Başkanı

Prof. Dr. Münir Tolga

Selçuk Üniversitesi

YÜCEL

Diş Hekimliği Fakültesi

Tez Danışmanı

Dr. Öğr. Üyesi

Aydın Adnan Menderes Üniversitesi

Üye

Yener OKUTAN

Diş Hekimliği Fakültesi

Üye

Prof. Dr. Musa

Aydın Adnan Menderes Üniversitesi

Şamil AKYIL

Diş Hekimliği Fakültesi

TEŞEKKÜR

Uzmanlık eğitimim boyunca her ihtiyaç duyduğumda yardıma koşan, mesleki hayatıma ve tez çalışmama çok büyük katkıları olan, bir eğitimcinin sahip olması gereken sabra, disipline ve meslek aşkına sonuna kadar sahip, her yönüyle örnek bir eğitimci, değerli tez danışmanım ve hocam Dr. Öğr. Üyesi Yener OKUTAN'a,

Hem mükemmel bir idareci hem de mükemmel bir eğitimci olan, üslubu ve yaklaşımıyla kaliteli bir insan olmayı, naifliği ve meslek adabını bizlere en güzel şekilde aşılayan, hayatım boyunca örnek almaktan gurur duyacağım Protetik Diş Tedavisi AD.'nın değerli başkanı Prof. Dr. Musa Şamil AKYIL'a,

Uzmanlık eğitimim sırasında hem mesleki hem manevi tüm bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşmış olan Aydın Adnan Menderes Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi'nin başta Protetik Diş Tedavisi AD. olmak üzere tüm akademisyen kadrosuna,

Aynı çalışma ortamında 3 seneyi aşkın bir süre geçirdiğim tüm uzmanlık öğrencisi arkadaşlarıma ve diğer fakülte personellerine,

Hayatımın her alanında olduğu gibi, uzmanlık eğitimim ve tez çalışmam süresince de bana her anlamda destek olan, yanımda olmasından büyük güç aldığım, tüm sevgisini ve ilgisini daima ruhumda hissettiğim, bu zorlu süreci sabırla aşmamdaki en büyük yardımcım sevgili eşim Fulya Mete YILMAZ'a

Varlığımın farkına vardığım ilk andan bugünlere kadar hayatımın her anında maddi manevi desteğini benden esirgememiş, tüm başarılarımın dayanağı ve itekleyici gücü olan, annem Emine YILMAZ'a, babam Tahsin YILMAZ'a ve abim Barış YILMAZ'a,

Sonsuz teşekkür ederim...

İÇİNDEKİLER

KABUL VE ONAY SAYFASI.....	i
TEŞEKKÜR	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
RESİMLER DİZİNİ	xi
TABLolar DİZİNİ.....	xiii
ÖZET	xv
ABSTRACT	xvii
1. GİRİŞ.....	1
2. GENEL BİLGİLER.....	4
2.1. Seramiğin Tanımı	4
2.2. Dental Seramik	4
2.3. Dental Seramiğin Bileşimi.....	5
2.3.1. Feldspar ($K_2O-Al_2O_6-SiO_2$).....	5
2.3.2. Kuartz (Silika- SiO_2)	6
2.3.3. Kaolen ($2H_2O-Al_2O_3-2SiO_2$)	6
2.3.4. Akışkanlar ve Cam Modifiye Ediciler.....	6
2.3.5. Renk Pigmentleri	7
2.3.6. Opaklaştırıcı Ajanlar	7
2.3.7. Floresans Özellik Veren Ajanlar	7
2.4. Dental Seramiklerde Sınıflandırma	7
2.5. Zirkonya	9
2.5.1. Zirkonyanın Diş Hekimliğinde Kullanımı.....	10
2.5.1.1. Diş Hekimliğinde Kullanılan Zirkonya Tipleri	10

2.5.1.1.1. Mg-PSZ Zirkonya.....	10
2.5.1.1.2. Zirkonya ile Sertleştirilmiş Alümina Seramikler (ZTA).....	11
2.5.1.1.3. Y-TZP Zirkonya	11
2.5.1.2. Zirkonyanın Diş Hekimliğinde Kullanım Alanları.....	12
2.5.1.2.1. Sabit Bölümlü Protezler	12
2.5.1.2.2. İnce ve Onleyler	12
2.5.1.2.3. Zirkonya Post.....	12
2.5.1.2.4. Zirkonya Abutment	13
2.5.1.2.5. Zirkonya İmplantlar	13
2.5.2. Zirkonyanın Biyouyumluluğu	14
2.5.3. Zirkonyanın Optik Özellikleri	15
2.5.4. Yttrium ile Stabilize Zirkonya Tipleri	15
2.5.4.1. Yarı Sinterize Y-TZP Seramik (Non-HIP).....	15
2.5.4.2. Tam Sinterize Y-TZP Seramik (HIP).....	15
2.5.5. Zirkonyanın Mikroyapısı.....	16
2.5.6. Transformasyon-Sertleşme Mekanizması	17
2.5.7. Zirkonyanın Düşük Isı Bozulması ve Yaşlanması	18
2.6. Monolitik Zirkonya	21
2.7. Zirkonya Restorasyonlara Uygulanan Yüzey İşlemleri.....	23
2.7.1. Plazma Sprey Yöntemi	23
2.7.2. Lazerle Pürüzlendirme.....	24
2.7.3. Kumlama	24
2.7.4. Selektif İnfiltre Asitleme (SIE)	25
2.7.5. Döner Alet ile Aşındırma	26
2.7.6. Tribokimyasal Silika Kaplama	26
2.8. Yapay Yaşlandırma	27

2.9. Seramik Yüzeylerinin Topografik İncelenmesi.....	27
2.9.1. Profilometre Analizi	27
2.9.2. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)	28
2.9.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	29
2.10. X-Işını Kırınımı Analizi (XRD)	29
2.11. Tam Seramiklerin Eğilme Dayanımını Saptamada Kullanılan Mekanik Testler	30
2.11.1. Tek Eksenli (Üniaksiyal) Eğme Testleri	31
2.11.2. İki Eksenli (Biaksiyal) Eğme Testler.....	32
3. GEREÇ VE YÖNTEM.....	34
3.1. Örneklerin Hazırlanması	34
3.2. Test Gruplarının Oluşturulması	36
3.3. Sinterleme Prosedürlerinin Uygulanması.....	36
3.4. Sinterleme Öncesi Kuşlama Prosedürlerinin Uygulanması	38
3.5. Sinterleme Sonrası Kuşlama Prosedürlerinin Uygulanması	39
3.6. Yapay Yaşlandırma İşleminin Uygulanması	39
3.7. Yüzey Pürüzlülüğünün Ölçülmesi.....	40
3.8. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi	41
3.9. Biaksiyal Eğilme Dayanımı Testi.....	42
3.10. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) Analizi.....	44
3.11. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi.....	44
3.12. İstatistiksel Analiz	45
4. BULGULAR	46
4.1. Yüzey Pürüzlülüğü Bulguları	46
4.2. Faz Dönüşümü Bulguları.....	49
4.2.1. Göreceli Monoklinik Faz Oranı (X_m , %) Bulguları.....	53
4.2.2. Monoklinik Hacim İçeriği (V_m , %) Bulguları	56

4.3. Eğilme Dayanımı Bulguları.....	59
4.4. Yüzey Pürüzlülüğü, Faz Dönüşümü ve Eğilme Dayanımı Değerleri Arasındaki İlişkinin Değerlendirilmesi	63
4.5. Mikroskop Analizi Bulguları.....	63
4.5.1. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) Analizi Bulguları	63
4.5.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi Bulguları.....	65
5. TARTIŞMA.....	71
6. SONUÇ VE ÖNERİLER	86
KAYNAKLAR.....	87
EKLER	114
ÖZGEÇMİŞ.....	115

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

- %** : Yüzde
- <** : den küçüktür
- >** : den büyüktür
- µm** : mikrometre
- °C** : Santigrat derece
- Al₂O₃** :Alüminyum oksit
- bar** : basınç birimi
- Bq** : Becquerel
- Ca** : Kalsiyum
- CaO** : Kalsiyum oksit
- CeO₂** : Seryum oksit
- CO** : karbonmonoksit
- Cr-Co** : Krom kobalt alaşımı
- H** : Hidrojen
- H₂O** : Su molekülü
- K₂O** : potasyum oksit
- MDP** : Metakriloiloksidetil dihidrojen fosfat
- Mg** : Magnezyum
- MgO** : Magnezyum oksit
- mm** : milimetre
- MPa** : Megapascal
- N** : Azot
- Na₂O** : Sodyum oksit
- O** : Oksijen
- OH⁻** : Hidroksil iyonu

pH : power of hydrogen (hidrojenin gücü)

ppm : parts per million (milyonda bir)

SiO₂ : Silisyum dioksit

TiO₂ : Titanyum dioksit

vb. : ve benzeri

Y : Yttrium

Y₂O₃ : Yttrium oksit

Zr : Zirkonyum

ZrO₂ : Zirkonyum dioksit

ZrOH : Zirkonyum oksit

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1. Zirkonyanın kristallografik yapıları: a: Kübik yapı, b: Tetragonal yapı, c: Monoklinik yapı.....	16
Şekil 2. Zirkonyanın sıcaklık-basınç faz diyagramı.....	17
Şekil 3. Çatlak ucunda meydana gelen zirkonya martensitik faz dönüşümünün ve sıkıştırma kuvvetlerinin şematik gösterimi.....	18
Şekil 4. Zirkonyanın düşük ısı bozulmasının ve yüzey yükselmesinin şematik gösterimi ...	20
Şekil 5. Zirkonya yüzeyinde krater oluşumun şematik gösterimi.....	20
Şekil 6. 3 nokta eğme testinin şematik gösterimi.....	31
Şekil 7. Biaksiyal kırılma testi düzeneğinin şematik gösterimi. R1: Kırıcı ucun çapı, R2: Örneğin çapı, b: örneğin kalınlığı R3: 3 adet çelik topun yerleştirildiği çemberin çapı.....	33
Şekil 8. Üretici firma tarafından belirlenen sinterleme parametreleri.....	37
Şekil 9. Yüzey pürüzlülüğü (Ra, µm) verilerine ait kutu grafiği.....	46
Şekil 10. Yaşlandırılmamış kontrol grubuna ait bir örneğin XRD grafiği.....	49
Şekil 11. Yaşlandırılmış kontrol grubuna ait bir örneğin XRD grafiği.....	50
Şekil 12. Sinterleme öncesi kumlama uygulanan yaşlandırılmamış gruba ait bir örneğin XRD grafiği.....	50
Şekil 13. Sinterleme öncesi kumlama uygulanan yaşlandırılmış gruba ait bir örneğin XRD grafiği.....	51
Şekil 14. Sinterleme sonrası kumlama uygulanan yaşlandırılmamış gruba ait bir örneğin XRD grafiği.....	51
Şekil 15. Sinterleme sonrası kumlama uygulanan yaşlandırılmış gruba ait bir örneğin XRD grafiği.....	52
Şekil 16. Sinterleme öncesi ve sonrası kumlama uygulanmış yaşlandırılmamış gruba ait bir örneğin XRD grafiği.....	52
Şekil 17. Sinterleme öncesi ve sonrası kumlama uygulanmış yaşlandırılmış gruba ait bir örneğin XRD grafiği.....	53

Şekil 18. Göreceli monoklinik faz oranına (X_m , %) ait kutu grafiği.....	54
Şekil 19. Monoklinik hacim içeriğine (V_m , %) ait kutu grafiği	57
Şekil 20. Eğilme dayanımı verilerine (MPa) ait kutu grafiği	60



RESİMLER DİZİNİ

Resim 1. Çalışmada kullanılan zirkonya blok.....	34
Resim 2. Bilgisayar yazılımı kullanılarak örneklerin tasarlanması	35
Resim 3. Disklerin frezeleme ile şekillendirilmesi	35
Resim 4. Zımparalama işlemi sonrası elde edilen örnekler	36
Resim 5. Örneklerin ultrasonik temizleyiciye yerleştirilmesi.....	37
Resim 6. Örneklerin sinterleme sonrası final boyutları	37
Resim 7. (a) Kumlanacak örneğin silikon indekse yerleştirilmesi, (b) Kumlama mesafesinin ayarlanması.....	38
Resim 8. Sinterleme işleminden önce 20 saniye kumlanan örneğin yüzey görüntüsü	38
Resim 9. Örneklerin metal petri kabına yerleştirilmesi	39
Resim 10. Çalışmada kullanılan otoklav cihazı	40
Resim 11. Profilometre cihazı ile yüzey pürüzlülüğü ölçümü.....	40
Resim 12. Örneğin XRD cihazında taranması	41
Resim 13. Biaksiyal eğme testi düzeneği.....	42
Resim 14. Örneğin kırma cihazına yerleştirilmesi ve örneğin kırılması.....	43
Resim 15. Çalışmada kullanılan atomik kuvvet mikroskobu.....	44
Resim 16. (a) Altın kaplama cihazı, (b) Taramalı elektron mikroskobu	45
Resim 17. Kontrol grubundaki örnekler için AFM görüntüleri. (a): Yaşlandırma -, (b): Yaşlandırma +.....	64
Resim 18. Sinterleme öncesi kumlama grubundaki örnekler için AFM görüntüleri. (a): Yaşlandırma -, (b): Yaşlandırma +	64
Resim 19. Sinterleme sonrası kumlama grubundaki örnekler için AFM görüntüleri. (a): Yaşlandırma -, (b): Yaşlandırma +	64
Resim 20. Sinterleme öncesi ve sonrası kumlama grubundaki örnekler için AFM görüntüleri. (a): Yaşlandırma -, (b): Yaşlandırma +	65

- Resim 21.** Kontrol (Yaşlandırma -) grubuna ait bir örneğin SEM görüntüleri; (a): 100X, (b):1000X, (c):5000X, (d):10000X..... 66
- Resim 22.** Kontrol (Yaşlandırma +) grubuna ait bir örneğin SEM görüntüleri; (a): 100X, (b):1000X, (c):5000X, (d):10000X..... 66
- Resim 23.** Sinterleme öncesi kumlama (Yaşlandırma -) grubuna ait bir örneğin SEM görüntüleri; (a): 100X, (b):1000X, (c):5000X, (d):10000X 67
- Resim 24.** Sinterleme öncesi kumlama (yaşlandırma +) grubuna ait bir örneğin SEM görüntüleri; (a): 100X, (b):1000X, (c):5000X, (d):10000X 67
- Resim 25.** Sinterleme sonrası kumlama (yaşlandırma -) grubuna ait bir örneğin SEM görüntüleri; (a): 100X, (b):1000X, (c):5000X, (d):10000X 68
- Resim 26.** Sinterleme sonrası kumlama (yaşlandırma +) grubuna ait bir örneğin SEM görüntüleri; (a): 100X, (b):1000X, (c):5000X, (d):10000X 68
- Resim 27.** Sinterleme öncesi ve sonrası kumlama (yaşlandırma -) grubuna ait bir örneğin SEM görüntüleri; (a): 100X, (b):1000X, (c):5000X, (d):10000X..... 69
- Resim 28.** Sinterleme öncesi ve sonrası kumlama (yaşlandırma +) grubuna ait bir örneğin SEM görüntüleri; (a): 100X, (b):1000X, (c):5000X, (d):10000X..... 69

TABLolar DİZİNİ

Tablo 1. Y-TZP bloğun üretici firması, lot numarası ve içeriği	34
Tablo 2. Deney grupları ve gruplara uygulanan işlemler	36
Tablo 3. Yaşlandırma uygulanmamış grupların yüzey pürüzlülüğü (R_a , μm) verilerine ait tanımlayıcı istatistikler.....	46
Tablo 4. Yaşlandırma uygulanmış grupların yüzey pürüzlülüğü (R_a , μm) verilerine ait tanımlayıcı istatistikler.....	47
Tablo 5. Yüzey pürüzlülüğü verilerine uygulanan 2-Yönlü ANOVA testinin sonuçları	47
Tablo 6. Yüzey pürüzlülüğü verilerine uygulanan 1-yönlü ANOVA testlerinin sonuçları..	47
Tablo 7. Yüzey pürüzlülüğü verilerine ait Ortalama \pm Standart sapma (SS) değerleri, grup karşılaştırmaları ve istatistiksel sonuçlar.....	48
Tablo 8. Yaşlandırmadan bağımsız olarak yüzey pürüzlülüğü verilerine uygulanan 1-yönlü ANOVA testinin sonuçları ve grup karşılaştırmaları	49
Tablo 9. Yaşlandırma uygulanmamış grupların göreceli monoklinik faz oranı (X_m , %) verilerine ait tanımlayıcı istatistikler	54
Tablo 10. Yaşlandırma uygulanmış grupların göreceli monoklinik faz oranı (X_m , %) verilerine ait tanımlayıcı istatistikler	54
Tablo 11. Göreceli monoklinik faz oranı (X_m) verilerine uygulanan 2-yönlü ANOVA testinin sonuçları.....	55
Tablo 12. Göreceli monoklinik faz oranı (X_m) verilerine uygulanan 1-yönlü ANOVA testlerinin sonuçları.....	55
Tablo 13. Göreceli monoklinik faz oranı (X_m) verilerine ait Ortalama \pm Standart sapma (SS) değerleri, grup karşılaştırmaları ve istatistiksel sonuçlar	56
Tablo 14. Yaşlandırma uygulanmamış grupların monoklinik hacim içeriği (V_m , %) verilerine ait tanımlayıcı istatistikler	57
Tablo 15. Yaşlandırma uygulanmış grupların monoklinik hacim içeriği (V_m , %) verilerine ait tanımlayıcı istatistikler	57

Tablo 16. Monoklinik hacim içeriđi (V_m) verilerine uygulanan 2-yönlü ANOVA testinin sonuçları.....	58
Tablo 17. Monoklinik hacim içeriđi (V_m) verilerine uygulanan 1-yönlü ANOVA testlerinin sonuçları.....	58
Tablo 18. Monoklinik hacim içeriđi (V_m) verilerine ait Ortalama \pm Standart sapma (SS) değeri, grup karşılařtırmaları ve istatistiksel sonuçlar	59
Tablo 19. Yařlandırma uygulanmamıř grupların eğilme dayanımı (MPa) verilerine ait tanımlayıcı istatistikler.....	60
Tablo 20. Yařlandırma uygulanmıř grupların eğilme dayanımı (MPa) verilerine ait tanımlayıcı istatistikler.....	60
Tablo 21. Eğilme dayanımı verilerine uygulanan 2-yönlü ANOVA testinin sonuçları	61
Tablo 22. Eğilme dayanımı verilerine uygulanan 1-yönlü ANOVA testlerinin sonuçları.....	61
Tablo 23. Eğilme dayanımı verilerine ait Ortalama \pm Standart sapma (SS) değeri, grup karşılařtırmaları ve istatistiksel sonuçlar	62
Tablo 24. Yařlandırmadan bađımsız olarak eğilme dayanımı verilerine uygulanan 1-yönlü ANOVA testinin sonuçları ve grup karşılařtırmaları.....	62
Tablo 25. Pearson korelasyon analizi sonuçları.....	63

ÖZET

FARKLI KUMLAMA VE SİNERLEME PROTOKOLLERİNİN VE YAPAY YAŞLANDIRMANIN MONOLİTİK ZİRKONYANIN YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ, FAZ DÖNÜŞÜMÜ VE EĞİLME DAYANIMI ÜZERİNE ETKİSİ

Yılmaz AD, Aydın Adnan Menderes Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi Uzmanlık Tezi, Aydın, 2019

Amaç: Bu çalışmanın amacı farklı kuşlama/sinterleme protokollerinin ve yaşlandırmanın, zirkonyanın yüzey pürüzlülüğü, faz dönüşümü ve eğilme dayanımı üzerindeki etkisini değerlendirmektir.

Gereç ve Yöntem: Toplamda 104 adet monolitik zirkonya örnek kuşlama/sinterleme protokollerine ve yaşlandırmaya göre 8 altgruba bölündü: Gr1: Kontrol (yaşlandırma -), Gr2: Kontrol (yaşlandırma +), Gr3: Sinterleme öncesi kuşlama (yaşlandırma -), Gr4: Sinterleme öncesi kuşlama (yaşlandırma +), Gr5: Sinterleme sonrası kuşlama (yaşlandırma -), Gr6: Sinterleme sonrası kuşlama (yaşlandırma +), Gr7: Sinterleme öncesi ve sonrası kuşlama (yaşlandırma -), Gr8: Sinterleme öncesi ve sonrası kuşlama (yaşlandırma +). Yaşlandırma prosedürü buharlı otoklav kullanılarak gerçekleştirildi. Bir profilometre cihazı ile yüzey pürüzlülüğü (Ra) değerleri hesaplandı. Bütün örnekler faz dönüşümünü belirleyebilmek için X-ışını kırınımı (XRD) analizine tabi tutuldu. Örneklerin biaksiyal eğilme dayanımları üç top üzerinde piston yöntemiyle ölçüldü. Her gruptan birer örneğe taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve atomik kuvvet mikroskobu (AFM) analizleri uygulandı. Veriler 2 ve 1-yönlü ANOVA, bağımsız örnekleme-t, Tukey HSD ve Tamhane T2 testleri ile istatistiksel olarak analiz edildi.

Bulgular: Sinterleme öncesinde kuşlama uygulanan gruplar diğer gruplarla karşılaştırıldığında daha fazla Ra değerleri göstermiştir. Yaşlandırma işlemi örneklerin monoklinik faz içeriklerini önemli ölçüde yükseltmiştir. Yaşlandırılmış gruplara uygulanan istatistiksel analize göre sinterleme sonrası kuşlama (Gr6) ve sinterleme öncesi-sonrası kuşlama (Gr8) grupları daha düşük monoklinik faz seviyeleri göstermiştir. Sinterleme sonrası kuşlama grupları (Gr5-Gr6) kontrol gruplarına göre daha fazla eğilme dayanımı gösterirken, sinterleme öncesi kuşlama grupları (Gr3-Gr4) önemli ölçüde düşük eğilme

dayanımı deęerleri sergilemiřtir ($p<0,05$). Sinterlemeden nce-sonra kumlama protokol ile eęilme dayanımı deęerlerinde azalma olmamıřtır ($p>0,05$).

Sonular: Y-TZP'nin sadece presinterize ařamada kumlanması, eęilme dayanımı deęerlerindeki dikkate deęer azalma nedeniyle klinik kullanımda nerilmemektedir. Kumlamanın sinterleme ncesi ve sonrasında kombine olarak uygulanması monolitik zirkonya iin mit verici bir yzey iřlemi yntemi olabilir.

Anahtar Kelimeler: Eęilme Dayanımı, Faz Dnřm, Kumlama, Monolitik Zirkonya, Otoklav Yařlandırması.



ABSTRACT

EFFECT OF DIFFERENT AIRBORNE PARTICLE ABRASION AND SINTERING PROTOCOLS AND ARTIFICIAL AGING ON SURFACE ROUGHNESS, PHASE TRANSFORMATION AND FLEXURAL STRENGTH OF MONOLITHIC ZIRCONIA

Yilmaz AD, Aydın Adnan Menderes University Faculty of Dentistry Department of Prosthodontics Master Thesis, Aydın, 2019

Aim: The aim of this study was to evaluate the effects of different air-abrasion/sintering protocols and aging on the surface roughness, phase transformation and flexural strength of zirconia.

Materials and Methods: A total of 104 monolithic zirconia specimens were divided to 8 subgroups according to the airborne particle abrasion/sintering protocols and aging: Gr1: Control (aging -), Gr2: Control (aging +), Gr3: Air-abrasion before sintering (aging -), Gr4: Air-abrasion before sintering (aging +), Gr5: Air-abrasion after sintering (aging -), Gr6: Air-abrasion after sintering (aging +), Gr7: Air-abrasion before and after sintering (aging -), Gr8: Air-abrasion before and after sintering (aging +). Aging procedure was carried out using a steam autoclave. Surface roughness (Ra) values were measured by a profilometer device. All of the specimens were subjected to X-ray diffraction (XRD) analysis to determine phase transformation. Biaxial flexural strengths of the specimens were measured by piston-on-three-balls method. Scanning electron microscope (SEM) and atomic force microscope (AFM) analysis were performed on one specimen per group. Data were statistically analyzed by 2 and 1-way ANOVAs, independent samples-t, Tukey HSD and Tamhane T2 tests.

Results: Air-abrasion before sintering groups showed higher Ra values compared to others. Aging process significantly increased the monoclinic phase content of the specimens. According to the statistical analysis that applied to aged groups, air-abrasion after sintering (Gr6) and air-abrasion before-after sintering (Gr8) groups showed lower monoclinic phase levels. Air-abrasion after sintering groups (Gr5-Gr6) exhibited higher flexural strength values than the control groups, whereas air-abrasion before sintering groups (Gr3-Gr4)

exhibited significantly lower flexural strength values ($p < 0.05$). There was no reduction in flexural strength values by using air-abrasion before-after sintering protocol ($p > 0.05$).

Conclusions: Air-abrasion of Y-TZP in only pre-sintered stage is not recommended in clinical usage because of the remarkable decrease in flexural strength values. Combined application of air-abrasion at pre- and post-sintered stage might be a promising surface treatment method for monolithic zirconia.

Keywords: Airborne Particle Abrasion, Autoclave Aging, Flexural Strength, Monolithic Zirconia, Phase Transformation.



1. GİRİŞ

Zirkonya, zirkonyum elementinin beyaz kristal halindeki bir oksitidir ve çeşitli sıcaklık aralıklarında tetragonal, kübik ve monoklinik fazlardan oluştuğu bilinen bir polimorfdur (1). Zirkonyanın 3 farklı kristal yapısından biri olan monoklinik faz, düşük sıcaklıkta kararlı yapıdadır ve 1170 °C'ye ısıtıldığında tetragonal faza dönüşür. Materyal 2370 °C'ye ısıtıldığında ise tetragonal yapı kübik faza geçer (2). Zirkonyanın tetragonal-monoklinik (t-m) faz dönüşümünün martensitik bir dönüşüm olduğu bilinmektedir. Bu faz dönüşümü sırasında oluşan hacim artışı, stabilize edici oksit kullanılmadığı takdirde seramik çatlaklarının oluşmasına neden olabilir. Stabilize edici oksitler olarak seryum oksit (CeO₂), yttrium oksit (Y₂O₃), magnezyum oksit (MgO) ve kalsiyum oksit (CaO) kullanılmıştır (3). %3 mol yttria (3Y-TZP) ile stabilize olan tetragonal zirkonya, iyi mekanik özelliklerinden dolayı birçok uygulama için yaygın olarak kullanılan bir materyaldir (4). Biyomedikal amaçlar için kullanılan zirkonya bazlı seramikler, oda sıcaklığında tipik olarak metastabil halde tetragonal yapılı, kısmen stabilize zirkonya (PSZ) olarak bulunurlar. Kısmen stabilize olan materyalin içerisinde, monoklinik faza geri dönmesi için enerji bulunmaktadır. Yayılım gösteren bir çatlakın önünde bulunan yüksek miktardaki lokalize stres, çatlak uçlarının etrafındaki zirkonya grenlerinin faz dönüşümünü tetikler. Yapıdaki dönüşümün meydana getirdiği %4'lük hacim artışı, oluşan çatlakları sıkıştırarak ilerlemelerini ve yayılmalarını önler. Bu mekanizma transformasyon sertleşmesi olarak bilinir (3). Transformasyon-sertleşme mekanizması ilk olarak 1970'lerin ortalarında tanımlanmıştır ve zirkonyayı diğer oksit seramiklere oranla ayrıcalıklı bir konuma taşımıştır (5). Zirkonyadaki bu güçlendirici mekanizma materyalin seramik-çelik olarak adlandırılmasını sağlamıştır (1). Yapılan bir çalışmada lityum disilikatın eğilme dayanımının (400 Mpa) zirkonyanın yaklaşık %40'ı olduğu belirtilmiştir (6).

Zirkonyanın altyapı malzemesi olarak kullanılması durumunda, kor materyalinde kırılma ve ayrıca biyolojik ve teknik komplikasyonlar görülebilir (7). Bununla birlikte bu restorasyonlarda, porselen atmalarının (chipping) %25'lik oran ile en yaygın klinik başarısızlık tiplerinden biri olduğu bildirilmiştir (8). Klinisyenler, monolitik protezlerin kullanımı ile veneer porselenlerinin majör problemlerinden biri olan kırılmanın önüne geçebilmektedir (9).

Y-TZP'nin nemli ortamda, tetragonal fazdan monokliniğe dönüşümü nedeniyle stabilitesini kaybedeceği ve çığneme ve para-fonksiyonel alışkanlıklardan kaynaklanan döngüsel bir yorgunluk ile dayanımının azalabileceği bildirilmiştir. Nemli ortamlarda materyalin karşılaştığı bu durum düşük ısı bozulması (LTD) olarak adlandırılmıştır. Zirkonyanın klinik başarısını arttırabilmek için, düşük ısı bozulması ile ilgili daha fazla araştırmaya ihtiyaç duyulmaktadır (3). Zirkonya seramiklerde gren boyutunun ve aynı zamanda kimyasal bileşimin, faz dönüşümünü etkilediği bilinmektedir (10). Büyük grenler metastabilitesi daha zayıf olduğu için arzu edilmez ve dolayısıyla yaşlanma duyarlılığını arttırır (11). Bugüne kadar zirkonyadan imal edilen ve femur başı içeren kalça protezlerinde büyük başarısızlıklar bildirildiğinden dolayı, bu materyalin yaşlanmasının dental uygulamalar için dikkate alınması gerekir. Hidrotermal ve/veya mekanik yük altındaki Y-TZP'nin, tetragonalden monoklinik faza geçişi ile sonuçlanan düşük ısı bozulması fenomenini in-vitro koşullarda taklit edebilmek, etkilerini anlayabilmek açısından oldukça önemlidir. Bu amaçla seramikler, çeşitli laboratuvar çalışmalarında 134 °C'deki buharlı otoklavda 2 bar basınç altında yapılan hızlı yaşlandırma yöntemi kullanılarak incelenmişlerdir (10).

Dental seramikler kullanılarak yapılan restorasyonlar simante edildikten sonra nemli bir ortama ve döngüsel yüklemeye maruz kaldıkları için, bu koşullar altındaki yorulma davranışlarının değerlendirilmesi, diş hekimliğinde başarıyla uygulanmaları için oldukça önemlidir (12). Eğilme dayanımı testleri; alt yapının kalınlığı, tasarımı, ağız içindeki oklüzal yükleme ve çevresel faktörlerin göz ardı edilmesi gibi dezavantajlarına rağmen, dayanımı etkileyen değişik faktörlerin değerlendirilmesi için kontrollü bir ortamda yapılabilen yöntemlerdir (13,14).

Kumlamanın dental zirkonyanın yüzey pürüzlülüğünü arttırdığı iyi bilinmektedir. Bu işlemin materyalin eğilme dayanımına etkisi üzerine ise farklı sonuçlar bildirilmiştir. Literatürde bu konu hakkındaki birbirine benzemeyen sonuçlar, genellikle parçacıkların tip ve boyutları, çalışma basıncı, kumlama açısı ve incelenen maddenin mikroyapısı gibi diğer parametrelerle ilişkilendirilir. Bununla birlikte, uygun kumlama şartları ve bunların materyal dayanımına etkisi tam olarak bilinmemektedir (15).

X-ışını kırınımı (XRD) tekniği zirkonyanın dönüşüm kinetiği değerlendirmeleri için yıkıcı olmayan konvansiyonel bir tekniktir (16). Kohorst ve ark. (17) yaptıkları çalışmada, değişik stabilize edici oksitler ile zirkonya seramiklerin yaşlanma davranışları hakkında

kapsamlı ve ayırt edici bir deęerlendirmeye ulařabilmek iin XRD, AFM ve SEM gibi farklı analitik metotlar uygulamıřlardır.

Verilen literatür bilgilerinin ışığında bu alıřmanın amacı farklı kumlama, sinterleme ve yařlandırma prosedürlerinin monolitik zirkonyanın yüzey pürüzlülüęü, faz dönüşümü ve eğilme dayanımı üzerine etkilerini incelemek ve materyalin klinik kullanımını hakkında bilgi vermektir.



2. GENEL BİLGİLER

2.1. Seramiğin Tanımı

Seramik kelimesi, orjinini topraktan yapılan manasına gelen Yunanca “keramikos” sözcüğünden almıştır. Çoğunlukla silikat yapıları olan seramik, bir ya da daha fazla metalin metal olmayan bir elementle, genellikle de oksijenle yaptığı bir kombinasyondur. Oksijen atomları yapı içerisinde matriks görevi yaparak kendilerinden küçük metal ve silikon atomlarını çevreler ve sıkıştırır. Seramik kristallerindeki kimyasal bağlar hem iyonik hem kovalent yapıdadır. Bu güçlü kimyasal bağlar yapıya sertlik, ısıya ve diğer kimyasal maddelere direnç gibi özellikler kazandırır. Fakat aynı yapı seramiklere kırılabilirlik özelliği de katar. Seramik inorganik ametallerin genel adıdır. Porselen ise özel bir seramik türü olup, kristalin yapısında cam fazlı bir maddedir (18).

2.2. Dental Seramik

Seramikler, yapısı modifiye edilmiş bilinen en eski inorganik materyallerdir. Yüksek oranda kaolinden meydana gelir ve zayıf, poröz yapısı nedeniyle diş hekimliğinde kullanılmaya elverişli değildir. Kaolin, feldspar ve silikat gibi başka minerallerle karıştırıldığında, diş hekimliği restorasyonları için istenen dayanıklılık ve saydamlık gibi özellikler kazanır. Bu katkı maddelerini içeren seramiklere porselen denir (19-21). Doğal dişlere yakın renk ve şeffaflığa sahip dental porselen tarihte ilk olarak 1838 yılında Elias Wildman tarafından üretilmiştir. Üretilen ilk dental porselenlerin yapısı kaolin, feldspar ve kuartzın bir karışımı şeklinde olup, çanak çömlek yapımında ve evde kullanılan porselenlerden oldukça farklıydı (22).

Porselenin diş hekimliğinde kullanımı ilk olarak 1774 yılında Saint-Germain-Laye bölgesinde eczacılık yapan Ducheteau tarafından yapılmıştır. 1788 yılında Nicholas Dubois De Chemant, bu sistemi geliştirerek patent almıştır (18). Sanayi devrimi ile porselenden kron üretimi artmış ve 19. Yüzyılda vulcanit yönteminin de uygulamaya girişiyle porselenler diş hekimliğinde kullanıma daha uygun hale gelmiştir. Ayrıca restorasyon amaçlı porselenlerin kullanımı, daha etkili preparasyon enstrümanlarının ortaya çıkışı ile artış göstermiştir (23). Tarihteki ilk porselen jaket kron, 1887’de platinyum matriks tekniğinin patentini almış olan Dr. C.H. Land tarafından üretilmiştir. Yüksek, orta ve düşük ısı porselenlerinin kullanımı tartışılmıştır. Birçok seramik inley ve kron uygulaması

yapılmış, eleştirilmiş ve tekrar denenmiştir. Fakat 1900'lü yılların başlarına kadar bu eleştirilerin bir neticesi olarak, porselenlerin dental amaçlarla kullanımı azalmıştır. 1920'lerde ise porselen kullanımını diş hekimliğinde yeniden popüler hale getirecek başarılı sonuçlar klinisyenler ve araştırmacılar tarafından gösterilmiştir. 1960'larda ise metal destekli restorasyonların kullanımındaki ilerleme ve başarıyla birlikte protetik diş tedavisinde porselen kullanımı ivme kazanmıştır. Üstün estetik özellikleri sayesinde uzun dönem kullanım için elverişli bir materyal haline gelmiştir. 1970 ve 80'ler boyunca metal destekli porselen kullanımı birçok diş hekiminin ilk tercihi haline gelmiştir. 1980'lerde ve 90'larda hastaların estetik beklentilerinin artması da dental porselen sistemlerinin gelişmesini sağlamıştır (23). Günümüzde teknolojiye ve dental materyallerdeki son gelişmeler ile, çok sayıda tam seramik sistemi ortaya çıkmış ve bu kronlar, estetik ve biyouyumluluğu arttırdıkları için klinik olarak daha kabul edilebilir sonuçlar vererek kor materyali olan metal kullanımını azaltmıştır (24).

2.3. Dental Seramiğin Bileşimi

Dental porselenler, seramiklerin cam sınıfına aittir ve kontrollü termal genişleme gerektiren bir kristalin komponent içerir (25). Günümüz diş hekimliğinde kullanılan seramik materyalleri estetik ve translüsensi özellikleri açısından doğal dişleri taklit edecek şekilde üretilmektedir. Dental porselenlerin ortalama bileşenleri: %63,2 SiO₂, %17,5 Al₂O₃, %0,8 CaO, %5,7 Na₂O, %11,7 K₂O₃ ve %1,0 B₂O₃'dur (26-28). Geleneksel olarak dental seramik feldspar, kaolin ve kuartz'dan oluşur. Ayrıca bu temel bileşenlere ek olarak eritgen maddeler (akışkanlaştırıcılar), cam modifiye ediciler, oksitler, opaklaştırıcılar, renk pigmentleri ve floresans özelliğini geliştiren çeşitli ajanlar mevcuttur (21, 29).

2.3.1. Feldspar (K₂O-Al₂O₃-SiO₂)

1100-1300 °C'de eriyen feldspar cam matriksi meydana getiren maddedir. Dental seramiklerde potasyum alümina silikat (ortoklas: K₂O-Al₂O₃-6SiO₂) ya da sodyum alümina silikat (albite: Na₂O-Al₂O₃-6SiO₂) olarak bulunmaktadır. Bu iki bileşimin birbirlerine olan oranı dental kullanımda farklılık gösterdiği için önemlidir (30,31). Yapı içerisinde yaklaşık olarak %70-85 oranında bulunan bir maddedir. Feldspar doğal olarak saf halde bulunmayıp, potas (K₂O) ve soda (Na₂O) ile değişik oranlarda karışım halinde bulunmaktadır. Feldsparın soda formu erime derecesini düşürme eğilimindedir, potas ise ergimiş haldeki camın

viskozitesini arttırır. Böylece fırınlama sırasında oluşan piropplastik akmayı azaltır. Bu durum diř Őeklinin ve detaylarının kaybolmasını önleyerek krona dođal bir görünüş kazandırmaya yardımcı olur. Yüksek erime derecesine sahip bileşenlere akışkanlık kazandırarak ve seramiđe saydamlık vererek, ısıya dayanıklı bileşenleri birbirine bađlayan birleřtirici bir siman görevi görür (27,32).

2.3.2. Kuartz (Silika-SiO₂)

Kuartz matris içinde doldurucu görevi görür. Yüksek bir erime ısısına sahiptir (1700 °C) ve bileşim içinde %12-25 civarında bulunur. Tamamen silis (SiO₂)’den oluřmaktadır (27,33). Porselene direnç kazandırılmasına yardımcı olan kuartz, aynı zamanda fırınlama işleminde sonucunda oluřan büzölmeleri engelleyerek materyalin stabilitesini sađlar. Bu durum sayesinde yüksek sıcaklıklarda metal altyapı üzerinden porselenin akışı engellenmiř olur. Ayrıca materyale Őeffaflık verir (27,31).

2.3.3. Kaolin (2H₂O-Al₂O₃-2SiO₂)

Çin kili olarak da isimlendirilen kaolin, 1300 °C’de eriyen bir alüminyum hidrat silikatıdır. Opak olduđundan dolayı yapıya çok az miktarda (%1-3) katılmaktadır. Isıya yüksek oranda dayanıklıdır ve seramik hamuruna elastikiyet özelliđi kazandırır. Seramiđin elde işlenebilirliđini kolaylařtıran kaolin, adeziv özelliđi sayesinde su ile karıştırdığında yapışkan hale gelir (27,30).

2.3.4. Akışkanlar ve Cam Modifiye Ediciler

Potasyum, sodyum ve kalsiyum oksitler cam modifiye ediciler ve akışkanlar olarak rol oynamaktadır. Bu akışkanlařtırıcıların amacı, camın ergime ısısını düşürmektir. Cam içerisindeki silikatın oksijene oranı materyal için çok önemlidir, camın ısısız genleşmesini ve viskozitesini etkilemektedir. Baryum, magnezyum, kalsiyum oksit gibi maddeler modifiye edici oksitler olarak rol oynamaktadır. Orijinal cam oluřum ađının oluřturulabilmesi için bu alkali metal oksitlerin kullanımı dikkatle kontrol edilmelidir (18). Seramik yapıya eklenen cam modifiye edici ajanlar dođru oralarda kullanılmaz ise camsı yapının bozulması anlamına gelen “devitrifikasyon” ile karřılařılır. Devitrifikasyon, vitrifikasyon adı verilen camlařma reaksiyonunun gerçekteşmemesi olayıdır (27).

2.3.5. Renk Pigmentleri

Seramiğin ağızda kullanılabilmesi ve doğal diş renklerine yakın tonlar elde edilebilmesi için çeşitli metal oksitler kullanılır. Kalay, kobalt, nikel, krom, demir, titanyum, altın oksitler, çinko veya platin gibi maddeler seramiğe renklendirici olarak ilave edilebilirler. Bu ajanların kullanımı ile rengin yanısıra floresans özellik de oluşabilmektedir (29,34).

2.3.6. Opaklaştırıcı Ajanlar

Porselenin yüksek oranda şeffaf olması dolayısıyla renk fritlerinin eklenmesi doğal diş rengine benzer etki oluşturmak için yetersiz kalmaktadır. Özellikle dentin renklerinde opasite ihtiyacı artar. Bu amaçla sıklıkla kullanılan ajanlar seryum, titanyum ve zirkonyum oksitlerdir (18).

2.3.7. Floresans Özellik Veren Ajanlar

Floresans etki, belirli dalga boyundaki fotonların cisim tarafından absorbe edilerek daha uzun dalga boyunda ve daha düşük enerjili bir ışımaya şeklinde geri yayılmasıdır. Bu özelliğe sahip maddelere floresan denir. Doğal dişler gün ışığı altında bir miktar floresan özelliğe sahiptirler. Bazı modern dental porselenler de ultraviyole ışık altında bu özelliği göstermektedirler. Günümüzde porselenlere saydamlık özelliği katmak amacıyla kullanılan sodyum diüronat ve bazı amonyum tuzlarının kullanımı radyoaktif zararları sebebiyle terk edilerek europinyum, samaryum, uterbiyum vb. lantanitler (nadir toprak elementleri) kullanılmaya başlanmıştır (18).

2.4. Dental Seramiklerde Sınıflandırma

Tam seramik sistemler için çeşitli sınıflandırmalar mevcuttur. Kullanılan materyalin kimyasal yapısına veya yapım tekniklerine göre sınıflandırmalar yapılabilir.

Laboratuvar aşamalarına göre sınıflandırılacak olursa;

1. Presleme
2. Cam infiltrasyonu
3. Freze kaynaştırma (sintering) yöntemi ile uygulanan seramikler.

Kimyasal içeriklerine göre sınıflandırılacak olursa;

1. Feldspatik; yüksek lösit içerikli
2. Düşük lösit içerikli cam seramik
3. Lityum disilikat ve mika, kor ile güçlendirilmiş seramikler
4. Alümina ve magnezyum kor yapılar (35,36).

Kor yapılarına göre sınıflandırılacak olursa;

1. Cam seramikler
 - a) Lityum disilikat
 - b) Lösit
 - c) Feldspatik seramikler
2. Alümina seramikler
 - a) Alüminyum oksit
3. Zirkonya (37).

Tam seramik sistemlerinin sınıflandırılması:

A. Dispersiyon ile güçlendirilmiş seramik sistemleri;

1. Alümina kor
 - a) Aluminöz seramik
 - b) Hi ceram
 - c) İnfiltrasyon seramikler (In-Ceram, Vita Zahnfabrik, Almanya)
2. Magnezyum kor
3. Enjeksiyon yöntemi ile şekillendirilen kor (Cerestore, Johnson & Johnson, E. Windsor, N.J.)
4. Optec-HSP (Jeneric/Pentron Inc, Wallingford CT)

B. Dökülebilir seramikler;

1. Dicor (Dentsply International, York, Pa.)

2. CeraPearl (Kyocera, USA)

C. Preslenebilir seramikler;

1. IPS Empress (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)

2. IPS Empress 2 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)

3. IPS e.max (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)

D. CAD/CAM sistemleri (13).

2.5. Zirkonya

Zirkonyum ismi arapça altın rengi manasına gelen zar (altın) ve gun (renk) kelimelerinin birleşimi olan zargon sözcüğünden köken almaktadır (38,39). Zirkonyum sembolü “Zr” olan olan periodik cetvelin D grubuna ait geçiş elementidir. Atom numarası 40 ve atom kütlesi 91,22’dir. Yoğunluğu $6,49 \text{ g/cm}^3$, erime noktası $1852 \text{ }^\circ\text{C}$ ve kaynama noktası $3580 \text{ }^\circ\text{C}$ ’dir (40). Zirkonyum ve hafniyum doğada bir arada bulunurlar ve yer kabuğunda %0,028 oranında mevcuttur. Birlikte buldukları ana metalin mineralinde birbirlerine oranı 50:1’dir (41). Metalik zirkonyum kimyasal olarak çok aktiftir ve yapısal özelliklerini yüksek oranda değiştiren N, O, H ve başka elementlerle kolaylıkla kimyasal reaksiyona girer (42). Bu sebeple, doğada hiçbir zaman serbest metal olarak saf halde tek başına bulunamaz. Isı ve korozyona karşı çok dirençlidir ve birçok farklı bileşik halinde bulunabilir. Bunlardan en önemlisi zirkonyum dioksit (ZrO_2) bileşimidir (43). Heksagonal kristal yapıdadır ve griye yakın bir renge sahiptir (44).

Zirkon eski çağlardan bu yana mücevher olarak bilinmektedir. Metal dioksit olan zirkonya (ZrO_2) 1789’da Alman kimyager Martin Heinrich Klaproth tarafından bazı mücevherlerin ısıtılmasından sonra elde edilen reaksiyon ürünüde tanımlanmış ve uzun bir süre boyunca seramikler için pigment olarak nadir toprak oksitleri ile karıştırılmıştır (44). Metal olarak zirkon, telsiz lambalarında, elektrotlarda, aydınlatma fişeklerinde, kesici aletlerin yapımında ve çelik endüstrisinde kullanılmaktadır. Yüksek aşınma direnci ve erime noktası, ağır nötronları absorbe edebilme gibi özellikleri ile zirkonya, nükleer reaktör yapımında aranan bir materyaldir (41). İyi bir kimyasal ve boyutsal stabilite, mekanik dayanıklılık gibi özelliklerine ek olarak paslanmaz çelik alaşımlara yakın bir elastik modüle sahip olması, zirkonyayı biyomateryal olarak kullanımın ilgi odağı yapmıştır (44). Zirkonya’nın biyomateryal olarak kullanımına ilişkin ilk Ar-Ge çalışmaları 1960’lı yıllarda

başlamış ve biyomedikal uygulamasıyla ilgili ilk makale 1969 yılında yayınlanmıştır (45). Bu biyomateryalin ana uygulama alanı olan total kalça replasmanlarında ilk kullanımı Christel ve ark. (46) tarafından tanıtılmıştır. O zamandan beri Garvie ve Nicholson (47)'in çalışmalarına dayanan araştırmalar, yüksek biyouyumluluk ve gelişmiş kırılma dayanımı sergileyen yttrium tetragonal zirkonya polikristalleri (Y-TZP) üzerine yoğunlaşmıştır (48-50). Biyomedikal zirkonya, oksit seramiklerin en iyi mekanik özelliklerini sergiler. Bu durum faz dönüşüm sertleşmesinin bir sonucu olarak ortaya çıkar. Çatlak uçlarında metastabil zirkonya taneciklerinin stres kaynaklı monoklinik zirkonyaya faz dönüşümü, hacim genişlemesini indükleyip kompresif gerilimi artırarak çatlak ilerlemesini durdurur (5).

Diğer yandan bu metastabilite nedeniyle zirkonya su varlığında yaşlanmaya eğilimlidir (51). Bu sebeple 2001 yılından sonra bildirilen başarısızlıklar nedeniyle kalça eklem protezi alanında kullanımı azalmıştır (52). Chevalier ve ark (53), kalça protezlerinde sıkça yaşanan bu sorunun, Y-TZP'nin 250 °C'nin altındaki sıcaklıklarda ve nem varlığında tetragonal fazda stabil kalmayarak dönüşüme uğramasıyla ilgili olduğunu göstermişlerdir. Y-TZP esaslı zirkonya sistemlerin 1990'ların ilk yıllarına kadar dental kullanım alanı mevcut değilken, günümüzde endodontik post, implant abutmentı ve sabit protezlerde alternatif bir kor sistemi olarak kullanımı yaygınlaşmıştır (54,55). Ayrıca hayvanlar üzerinde yapılan oral implant denemelerinden başarılı sonuçlar alınmıştır (56).

2.5.1. Zirkonyanın Diş Hekimliğinde Kullanımı

2.5.1.1. Diş Hekimliğinde Kullanılan Zirkonya Tipleri

Modern diş hekimliğinde zirkonya restorasyonların tetragonal fazda stabilizasyonunun sağlanması için 3 farklı sistem mevcuttur. Bunlar magnezyum katyonu ilave edilmiş kısmen stabilize zirkonya (Mg-PSZ), zirkonya ile güçlendirilmiş alümina (ZTA) ve yttrium katyonu ilave edilmiş tetragonal zirkonya polikristalleri (Y-TZP)'dir (57).

2.5.1.1.1. Mg-PSZ Zirkonya

Farklı kısmi stabilize zirkonyalar (PSZ) protetik amaçlı porselen biyomateryali olarak test edilmiştir (58). Magnezyum katyonu ilave edilen kısmen stabilize zirkonya içerisinde kalan artık porözite, materyalde işlenmeden kalan büyük parçalara rastlanması

(30-40 μm) ve en önemlisi katkısız Mg içerikli kısmi stabilize zirkonya elde etmedeki güçlükler, bu materyalin biyomedikal amaçlarla kullanımına olan ilgiyi düşürmüştür (44).

2.5.1.1.2. Zirkonya ile Sertleştirilmiş Alümina Seramikler (ZTA)

Zirkonya ile sertleştirilmiş alümina seramikler alümina matriks ile kombine olarak üretilirler. Sinterlenmiş Y-TZP'ye göre daha poröz yapıdadırlar ve mekanik özellikleri zayıftır (58). Bu gruba örnek olarak In-Ceram Zirconia gösterilebilir (59).

2.5.1.1.3. Y-TZP Zirkonya

Tetragonal zirkonya polikristal seramikler (3Y-TZP) ise %3 mol yttrium oksit (Y_2O_3) ile kısmi stabilize edilmiş tetragonal grenlerden oluşan zirkonyum polikristalidir (57). Y-TZP seramik, cam matriks içermez. Y_2O_3 ilavesi, kimyasal yaşlanmadan, düşük ısı bozulmasından ve kumlamadan sonra yapısal güvenilirlik, biyouyumluluk ve daha düşük porözite sağlamaktadır (60-62). Y-TZP seramiklerin sergiledikleri mekanik özellikler, oda ısısında stabil olan tetragonal fazdaki zirkonya taneciklerinin içerdikleri yttrium miktarına, sıcaklık şartlarına ve parça büyüklüğüne bağlıdır (44). Oda sıcaklığında, yoğun tetragonal yapı elde etmek için (%3 mol Y_2O_3 ilaveli tetragonal ZrO_2), gren büyüklüklerinin 0,8 μm 'den küçük olması gerekmektedir (63). Tanecik boyutu çok küçük olduğunda ($<0,2 \mu\text{m}$) ise faz dönüşümü inhibe olmaktadır (44). Sinterleme şartları, materyalin dayanımı ve mekanik özellikleri üzerinde büyük bir etkiye sahiptir ve aynı zamanda taneciklerin boyutunu belirlemektedir. Dolayısıyla Y-TZP nin mekanik özellikleri ve stabilitesi üzerinde çok güçlü etkiye sahiptir. Yüksek sıcaklıklarda ve sürelerde yapılan sinterleme işlemi tanecik boyutlarının daha büyük olmasına neden olmaktadır (57,64). Dental uygulamalarda kullanılan Y-TZP seramiklerinin mikroyapısı küçük taneciklerden (0,2-0,5 μm çapında) meydana gelmektedir (65). Y-TZP esaslı seramik sistemlerinin eğilme dirençleri genel olarak 900-1200 MPa arasındadır. Kırılma dayanımları ise alüminöz alt yapı sistemlerinin yaklaşık 2, lityum disilikat içerikli sistemlerin ise yaklaşık 3 katı kadardır (48,57).

2.5.1.2. Zirkonyanın Diş Hekimliğinde Kullanım Alanları

2.5.1.2.1. Sabit Bölümlü Protezler

Zirkonya estetik özellikleri ve biyouyumluluğu sayesinde sabit protezlerde sık tercih edilen bir materyaldir. Fakat kor materyali olarak zirkonya göreceli olarak yüksek opasite gösterir (66) ve doğal dişlerin optik özelliklerini daha iyi yansıtabilmek için çoğunlukla veneer porselen ile kaplanır (37,44). Ayrıca materyal veneer porselen ile kaplandığında hidrotermal yan etkilerden korunur. Çünkü oral ortamda neme maruz kalan materyalin kristallerinde tetragonalden monokliniğe faz dönüşümü ve iç yapısında çatlaklar görülebilir (67,68). Literatür incelendiğinde bu restorasyonların en büyük probleminin veneer porselende görülen chipping (atma) ve delaminasyon (ayrılma) olduğu bildirilmiştir (69,70). Son yıllarda zirkonya kor üzerine veneer seramikler uygulanarak elde edilen restorasyonlarda karşılaşılan sorunları önlemek için monolitik zirkonya sistemleri geliştirilmiştir (71). Herhangi bir veneer porselen uygulamasını gerektirmeyen bu restorasyonlarda hata payı düşer, maliyet ve üretim zamanı azalır. Opaklık ve monokromatik görüntü, polisaj işleminin iyi yapılamaması durumunda karşıt doğal dentisyonda daha fazla aşınmaya yol açması ise bu restorasyonların dezavantajları olarak sıralanabilir (72).

2.5.1.2.2. İnley ve Onleyler

İnley ve onley yapımında sıkça kullanılan materyaller; metal alaşımları, çeşitli güçlendirilmiş kompozit malzemeler, camsı içeriği yüksek porselenler (lityum- disilikat, cam infiltre zirkonya) ve yüksek dayanımlı seramiklerdir (zirkonyum ve alüminyum oksit kristalleri) (73,74). Yapılan çalışmalarda zirkonya esaslı inley protezlerin kırılma dayanımlarının lityum disilikat içerikli porselenlerden daha yüksek olduğu gösterilmiştir (75,76). Ancak zirkonya seramiklere adeziv teknikler uygulandığında tetragonal kristal yapısı nedeniyle bağlantı problemleri yaşanır (77,78). Bu sistemlerde yüzey pürüzlendirilmesi için kullanılan hidroflorik asit gibi ajanlar etkisizdir. Bu yüzden uzun dönem çalışmalarda desimantasyon, mikrosızıntı oluşumu gözlenmiştir (79,80).

2.5.1.2.3. Zirkonya Post

Post ve kor materyali olarak kullanılan zirkonya Meyenberg ve ark. (81) tarafından tanıtılarak 1993'te kullanılmaya başlanmıştır. Zirkonya postlar yüksek dayanımları, eğilme

direnci ve optik özelliklerinin avantajlarından dolayı sıkça tercih edilirler. Bunlar prefabrike veya kişiye özel (custom) olarak hazırlanabilir. Prefabrike zirkonya post uygulamasında, kor materyali olarak kompozit rezinler veya preslenmiş seramiklerle birlikte kullanılırlar. Fakat bu uygulamalarda en sık yaşanan problem, kor ile postun birbirinden ayrılmasıdır (82,83). Ayrıca, zirkonya materyalinin elastisite modülünün fiber postlardan çok daha fazla olması, bu materyalin posterior bölgede kullanımında dikkat edilmesini gerektirir. Özellikle parafonksiyonel aktiviteye sahip bireylerde, diş köklerinde kırığa neden olabilme ihtimalinden dolayı, post materyali olarak zirkonya kullanımının uygun olmadığı bildirilmiştir (84,85).

2.5.1.2.4. Zirkonya Abutment

Altın standart olarak bilinen titanyum abutmentlerin periimplant mukozada gri renklenmeye sebep olduğu birçok çalışmada belirtilmiştir (86-88). Bu problemin önüne geçmek amacıyla zirkonya abutmentler, özellikle anterior bölgede estetik bir görünüm elde etmek için tam seramik restorasyonlarla birlikte sıklıkla kullanılırlar (89). Bunun yanı sıra, uzun dönemli klinik etkileri araştıran in-vitro çalışmalarda, materyal içerisinde yaşlanmaya bağlı çatlaklar oluşabileceği ve böylece uzun dönem kullanımlarında başarısızlığa sebebiyet verebileceği rapor edilmiştir (90,91). Bu yüzden son yıllarda titanyum tabanlı (ti-base) zirkonya abutmentler daha çok tercih edilmeye başlanmıştır (92). Ti-base hibrid abutmentlerde göz önünde bulundurulması gereken durum ise titanyum taban-zirkonya bağlantısıdır. Zirkonya ve titanyum için çeşitli bağlanma metodları bildirilmiştir (93).

2.5.1.2.5. Zirkonya İmplantlar

Son yıllarda zirkonyanın abutment olarak kullanımının yanı sıra implant gövde materyali olarak kullanılması düşünülmüştür (94). Biyouyumlu bir materyal olması, kimyasal ve boyutsal stabilitesinin ve bükülme dayanımının (900-1200 MPa) yüksek olması, yeterli sertliğe sahip olması (1200 Vickers), diş benzeri renk özelliklerine ve düşük termal iletkenliğe sahip olması, kolay işlenebilmesi, titanyumla kıyaslanabilir kemikle entegrasyon, azalmış plak afinitesi ve düşük korozyon potansiyeli gibi özellikleri implant gövde materyali olarak kullanımını gündeme getiren özellikleridir (44,95-99). Hücre kültürü çalışmalarında zirkonyoya karşı olumlu biyolojik reaksiyon gözlenmiş (100) ve hayvan deneylerinde de zirkonya implantların osseointegrasyonunun başarılı olduğu rapor edilmiştir

(101). Bu konu ile ilgili çalışmaların çoğu olgu sunumu şeklindedir (102-104). Günümüzde rutin olarak kullanılmıyor olsa da, gelecekte zirkonya implantların özellikle de ön bölge estetik olgularda uygulama alanı bulacağı öngörülmektedir (105).

2.5.2. Zirkonyanın Biyouyumluluğu

Zirkonya tozu, uranyum-radyum (^{226}Ra) ve toryum (^{228}Th) aktinit serisinden az miktarda radyonüklid içerir (106-108). Bu sebeple 1990'lı yılların başında zirkon seramiklerin tıbbi ve dental amaçlı uygulamaları konusunda farklı endişeler dile getirilmiştir. Bununla birlikte saflaştırma prosedürlerinden sonra düşük radyoaktiviteye sahip zirkonya tozları elde edilebilir (109,110). Bu değerler belirlenmiş radyasyon sınırlarının altındadır ve Cr-Co alaşımları ve alümina seramiklerle karşılaştırılabilir seviyededir (111). Saflaştırma işlemi görmüş zirkonya tozlarındaki uranyum seviyeleri, uluslararası komisyonların önerdiği tehlike arz etmeyen radyasyon düzeylerine uygundur ve genellikle doğal ortam radyoaktivitesinden daha düşük bulunur (106,110). Ayrıca Uluslararası Standartlar Organizasyonu (ISO 13356) ve American Society for Testing and Materials Standards (F1873), cerrahi sınıf seramikler için kullanılan zirkonya tozlarının kütle aktivitesinin 200 Bq/kg'den düşük olmasını tavsiye etmiştir (112). Günümüz zirkonya tozlarında bu oran kabaca 1 ppm (%0,0001) veya daha düşük radyonüklid içeriğine tekabül edecek ve tavsiye edilen sınırın çok altında kalacak şekilde 20-50 Bq/kg civarındadır (113). Sonuç olarak, Y-TZP seramiklerinin radyoaktivitesi uygun standartlar izlenerek saflaştırma prosedürleriyle etkin bir şekilde azaltılabildiğinden, Y-TZP biyomedikal uygulamalar için uygun olarak düşünülebilir. Ancak her zirkonya tozunun biyolojik uygulamalar için kullanılmadan önce doğrulanması ve düzenli olarak kontrol edilmesi tavsiye edilmektedir (106,109).

Hem in-vivo hem de in vitro çalışmalar, yüksek saflıktaki Y-TZP tozlarının özellikle biyoaktif içerikten tamamen saflaştırıldıklarında üstün biyouyumluluğunu onaylamıştır. Zirkonya seramikler kimyasal olarak inert malzemelerdir ve şu ana kadar lokal veya sistemik ters reaksiyon bildirilmemiştir. Fibroblastlarda veya kan hücrelerinde herhangi bir sitotoksik, onkogenik veya mutajenik etki gözlenmemiş (44,114), Y-TZP seramik tarafından indüklenen herhangi bir sitokastik etki veya kromozomal anormallik bulunmamıştır (115).

2.5.3. Zirkonyanın Optik Özellikleri

Estetiği sağlayabilmek adına diş hekimliğinde kullanılan restoratif materyallerin translüsensi göstermesi önemlidir (116). Zirkonya seramikler yüksek miktarda kristal içerir ve bu sebeple doğal dişlere ve cam esaslı seramiklere oranla çok daha az translüsensi gösterir (116,117). Zirkonyanın yüksek opak özellikleri estetik olarak zorlu klinik durumlarda, örneğin diskromatik abutment, diş veya metal post-korların maskelenmesinde çok faydalı olabilir (118). Farklı zirkonya sınıfları farklı translüsenslik seviyelerine sahiptir ve kalite arttıkça translüsensi artar. Tane büyüklüğü, çeşitli büyüklüklerdeki taneciklerin dağılımı, presleme yöntemi ve koşulları ve farklı katkı maddelerinin varlığı translüsensiyi etkileyebilir. Estetiğin geliştirilmesi için farklı renklerde zirkonya alt yapılar ve boyama ajanları tanıtılmıştır. Zirkonya altyapılar presleme ya da tabakalama teknikleriyle porselen kaplanarak estetik artırılabilir (119). Zirkonya altyapıların dentine benzeyecek şekilde renklendirilmesi porselen ile veneerleme işleminden sonra estetik avantaj sağlar (120). Zirkonya altyapılar sınırlı kalınlığa (0,5 mm) sahip olsalar bile yüksek yoğunlukları ve homojeniteleri sayesinde altta bulunan abutmentlere yeterli bir renk maskeleyi sağlar (118,121).

2.5.4. Yttrium ile Stabilize Zirkonya Tipleri

2.5.4.1. Yarı Sinterize Y-TZP Seramik (Non-HIP)

Non-HIP veya ham preslenen (dry-pressed) zirkonya olarak adlandırılan bloklar, zirkonya tozunun basınçsız bir şekilde preslenmesiyle elde edilen, poröz yapılı ve sinterlenmesi tamamlanmamış bloklardır (38,122). Sinterlenmemiş haldeki bloklara CAD/CAM sistemi kullanılarak "green machining" olarak adlandırılan ham şekillendirme işlemi uygulanmaktadır. Aşındırma işleminden sonra istenenden büyük boyutta hazırlanan materyal tekrar basınçsız olarak 1350-1500 °C arasındaki sıcaklıkta sinterlenir. Sinterlenme işlemi sonrası yoğunluğu ve dayanıklılığı artan zirkonya %20'ye yakın bir oranda büzülme gösterir (57).

2.5.4.2. Tam Sinterize Y-TZP Seramik (HIP)

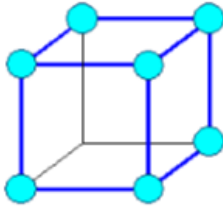
HIP tipi zirkonyanın adlandırılması "Hot Isostatic Pressing" kelimelerinin baş harflerinin birleşmesiyle oluşmuştur. Zirkonyanın yoğunluğunu arttırmak için yüksek sıcaklık ve basıncın kullanıldığı bir sinterleme tipidir (123). Tam sinterize Y-TZP bloklara

ilk olarak 1500 °C nin altındaki sıcaklıklarda bir ön sinterizasyon işlemi uygulanarak, materyal %95 yoğunluğa ulaştırılır. Daha sonrasında bu bloklar sıcak izostatik basınç altında 1400- 1500 °C de ikinci bir sinterizasyon işleminden geçirilir. 2. İşlem neticesinde materyal %99 yoğunluğa ulaşır. Tam sinterlenmiş bloklar çok yoğun ve sert olduklarından dolayı özel tasarlanmış freze cihazları kullanılarak şekillendirilirler (57).

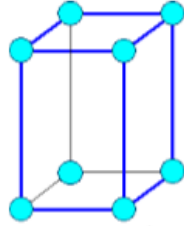
2.5.5. Zirkonyanın Mikroyapısı

Zirkonyum oksit temel olarak 3 kristalografik fazdan oluşur:

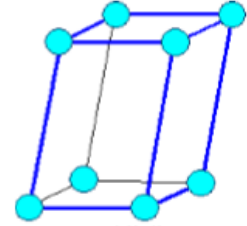
- 1) paralel kenarlı deforme bir prizma biçiminde olan monoklinik (m) form
- 2) dikdörtgen kenarlı düz bir prizma şeklinde olan tetragonal (t) form
- 3) kare kenarlı düz bir prizma şeklinde olan kübik form (c) (Şekil 1)



Şekil 1: Kübik yapı
 $a = b = c$



Şekil 2: Tetragonal yapı
 $a = b \neq c$



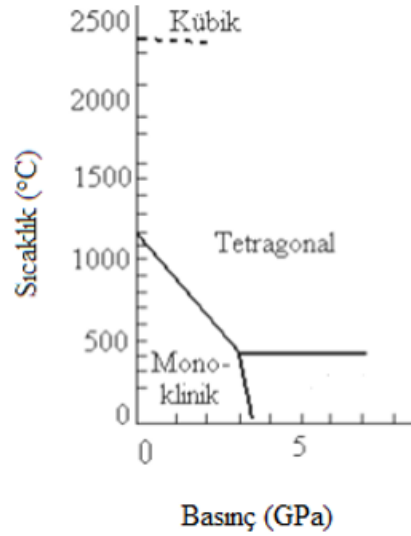
Şekil 3: Monoklinik yapı
 $a \neq b \neq c$

Şekil 1. Zirkonyanın kristalografik yapıları: a: Kübik yapı, b: Tetragonal yapı, c: Monoklinik yapı (38)

Oda sıcaklığı ile 1170 °C arasında stabil olan monoklinik faz, düşük mekanik özelliklere sahiptir. Tetragonal faz 1170-2370 °C arasında karardır ve gelişmiş mekanik özelliklere sahip bir seramik elde edilmesini sağlar. Kübik faz ise 2370 °C'nin üzerinde karardır. Saf zirkonyaya dengeleyici oksit bileşikleri ilave edildiğinde kısmen stabilize edilmiş tetragonal zirkonya polikristali (TZP) elde edilir (44).

Monoklinik faz sıcaklık 1170 °C'yi aştığında, hacimsel olarak %5 azalarak yoğunluğu daha fazla olan tetragonal faza dönüşür (48). Soğuma sırasında ise 100 °C-1070 °C arasında bir noktada t-m (tetragonal-monoklinik) dönüşümü oluşur ve bu geçiş sonucu %3-5'lik bir hacim artışı meydana gelir (Şekil 2). Böylece seramik içinde iç gerilmeler ve çatlamlar oluşur. Materyalin sahip olduğu bu özellik, saf olarak kullanımını engellemektedir (44). Stabilize edici oksitler olarak seryum oksit (CeO_2), yttrium oksit

(Y₂O₃), magnezyum oksit (MgO) ve kalsiyum oksit (CaO) kullanılır. Böylece oda ısısında monoklinik faz olmadığı ve tetragonal yapı korunduğu için, soğuma sırasındaki faz dönüşümünün neden olduğu hacim artışı önlenerek çatlak oluşumu engellenir (124).

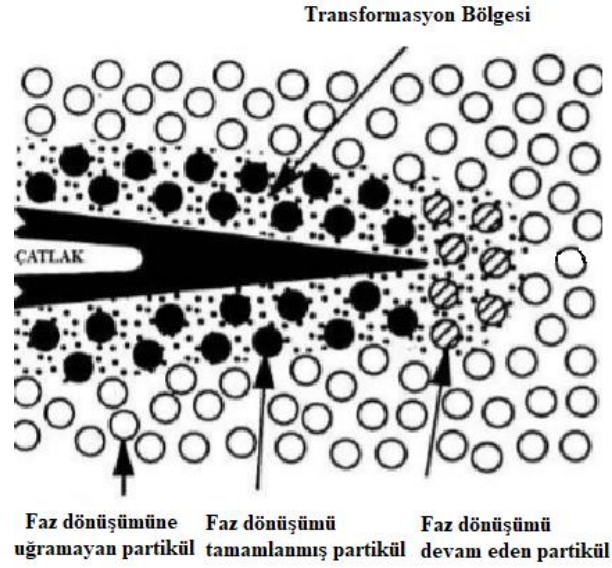


Şekil 2. Zirkonyumun sıcaklık-basınç faz diyagramı (125)

2.5.6. Transformasyon-Sertleşme Mekanizması

Zirkonyum dioksitin 'sertleşme mekanizması' ilk olarak Garvie ve ark. (5) tarafından tanımlanmıştır. Transformasyon-sertleşme mekanizması, "martensitik transformasyon" adıyla da bilinen, materyale dışarıdan mekanik kuvvetlerin uygulanmasıyla (aşındırma, termal değişiklikler vs.) materyal yapısında tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşümün izlendiği bir çatlak iyileştirme prosedürüdür (126). Y-TZP'nin diğer dental seramiklere kıyasla yüksek dayanımını ve sertliği, sinterize edilmiş materyalin oda ısısında yarı-stabil tetragonal kristal yapıya sahip olmasına bağlıdır (44,127).

Aşındırma ve yüksek kuvvetler gibi dış etkenlerin materyal yapısında meydana getirdiği stres, çatlak etrafındaki taneciklerde tetragonalden fazdan monoklinik faza dönüşüme sebep olur. Faz dönüşümü sırasındaki bu %3-5'lik hacim artışı, çatlak ucunda sıkıştırıcı stresler ortaya çıkararak dış streslerin nötralize edilmesine yardımcı olmaktadır. Bu şekilde başlangıç aşamasında olan bir çatlakın ilerlemesi durdurulur (Şekil 3). Bu mekanizma, zirkonyum dioksit materyaline yüksek bir kırılma sertliği ve esneme dayanımı kazandırır (128).



Şekil 3. Çatlak ucunda meydana gelen zirkonya martensitik faz dönüşümünün ve sıkıştırma kuvvetlerinin şematik gösterimi (38)

Zirkonyaya yapılan yüzey işlemleri mekanik özellikleri ve güvenilirlikleri direkt olarak etkileyebilir. Yüzey kusurları zirkonya yüzeyinde stres birikim alanları olarak rol oynayabilir ve mekanik dayanımı düşürebilir (129). Buna karşın bahsedilen transformasyon-sertleşme mekanizması yüzey işlemlerinin bu etkisini nötralize edebilir veya dayanımı arttırabilir. (14,130) Bu artma veya azalma yüzey işlemlerinin şiddetine, çatlakların uzunluğuna ve transformasyon tabakasının kalınlığına bağlıdır. Kosmac ve ark.'na (14) göre çatlak uzunlukları transformasyon derinliğini aşarsa mekanik özellikler olumsuz etkilenebilir. Yüzey işlemlerinin zirkonyada yarattığı etki hala tartışma konusudur ve araştırılması gereklidir.

Faz dönüşümü, zirkonya grenlerinin büyüklüğüne, şekline, bileşimine, stabilize edici oksitin tipine, miktarına ve zirkonyanın üretim işlemlerine bağlıdır (131). Stabilize edici ajanın miktarı zirkonyanın mikroyapısını ve mekanik özelliklerini dikkate değer şekilde etkilediği için dikkatli bir şekilde kontrol edilmelidir (132).

2.5.7. Zirkonyanın Düşük Isı Bozulması ve Yaşlanması

Y-TZP seramiklerin bir dezavantajı, yaşlanma olarak da bilinen düşük ısı bozulması fenomenine (LTD-Low temperature degradation) sahip olmalarıdır. Tetragonal fazın monoklinik faza kendiliğinden aşamalı dönüşümü, Y-TZP'nin mekanik özelliklerinin

bozulmasına neden olur (44). Y-TZP'nin nemli ortamda stabilitesini kaybedeceği ve tetragonal fazdan monoklinik faza (t-m dönüşümü) dönüşüme bağlı olarak mukavemet bozulmasına uğrayacağı bir çok çalışmada bildirilmiştir (3). Yavaş bir tetragonal-monoklinik (t-m) faz dönüşümü, Y-TZP su, buhar veya vücut sıvıları ile temas ettiğinde ya da sterilizasyon boyunca meydana gelir. Bu da yüzey hasarına neden olabilir. (44,133). Düşük ısı bozulması başlangıçta, oksijen boşluklarını doldurmak suretiyle suyun zirkonya tanelerine katıldığı yüzeysel tabaklarda meydana gelir ve daha sonra pürüzlülüğü arttırarak yayılır (133,134).

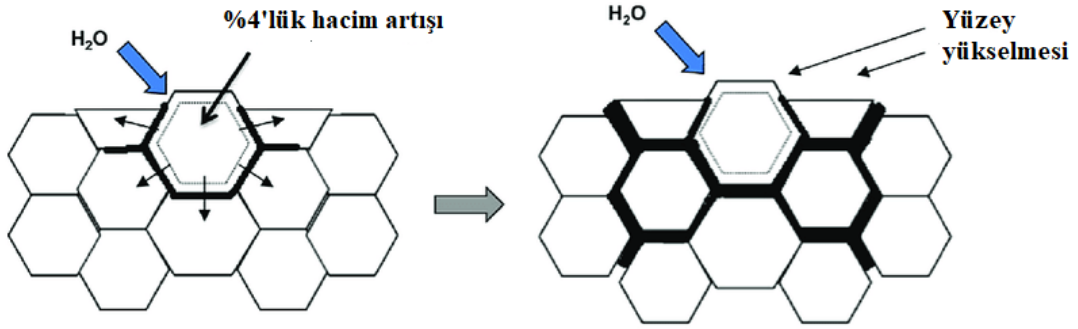
T-m faz dönüşümünün temel mikromekanizmalarını anlamak amacıyla bir çok makale yayınlanmıştır (135). Bu düşük sıcaklık bozulmasının başlıca etkileri şunlardır:

- 1) Dönüşüm, en hızlı şekilde 200-300 °C sıcaklıklarda ilerler ve zamana bağlıdır.
- 2) Su veya su buharı dönüşümü arttırır.
- 3) Dönüşüm yüzeyden başlayarak kütlenin içine ilerler.
- 4) Daha yüksek stabilize edici içerik veya daha ince tanecik büyüklüğü, dönüşüme karşı direnci arttırır.

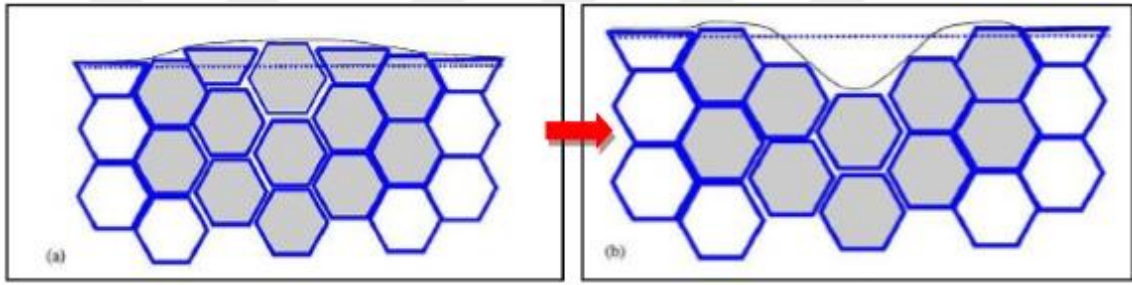
Günümüzde su varlığının dönüşümü nasıl etkileyebileceğine dair çeşitli teoriler geliştirilmiştir. Sato ve ark. (133,136), suyun çatlak ucunda Zr-O-Zr ile reaksiyonunun ve zirkonyum hidroksit (Zr-OH) oluşumunun önceden var olan çatlakların büyümesini ve t-m faz dönüşümünü arttırdığını öne sürmüşlerdir. Yoshimura ve ark (134), ana mekanizma olarak suyun zirkonya yapısına kimyasal absorpsiyonunu kabul etmiş, ancak streslerin birikimini OH⁻ iyonlarının yüzeydeki ve kristal yapılardaki göçüne bağlamıştır. Lange ve ark. (137) tarafından sunulan diğer bir teoride, H₂O ile yttria (Y₂O₃) arasında bir kimyasal reaksiyonun varlığından bahsedilmiş ve düşük ısı bozulmasının ve transformasyonun stabilizatör içeriğini tüketen Y(OH)₃ oluşumu sebebiyle meydana geldiği belirtilmiştir. Ancak son zamanlarda düşük ısı bozulması sırasında, Y₂O₃ ile ilgili olan teori yerine iç streslerin rolünün daha önemli olduğu bildirilmiştir (138).

Yaşlanma sırasındaki yüzey bozulması, yüzey pürüzlenmesine, mikroçatlak ve aşınmaların artmasına, partikül debris ve döküntülerinin oluşmasına ve başarısızlıklara sebep olabilmektedir (52). Daha büyük hacme sahip monoklinik faza dönüşmüş partiküller

nedeniyle yüzeyde yükselmeler görülebilir (60) (şekil 4). Aynı zamanda ilerleyen aşamalarda bozulmuş materyal yüzeyinde krater oluşumu da gözlemlenebilir (52) (şekil 5).



Şekil 4. Zirkonyanın düşük ısı bozulmasının ve yüzey yükselmesinin şematik gösterimi (52).



Şekil 5. Zirkonya yüzeyinde krater oluşumunun şematik gösterimi (52).

Frezleme ve kumlama gibi stres oluşturu yüzey işlemleri ile meydana gelen t-m faz dönüşümü, yüzeyde sıkıştırma tabakası oluşturarak eğilme dayanımının artmasına yol açabildiği gibi aynı zamanda faz bütünlüğünün bozulması ile yaşlanmaya karşı duyarlılığın artmasına neden olabilmektedir (139). Karşıt bir görüş olarak bazı çalışmalarda yüzey işlemlerinin yaşlanmaya karşı direnci arttırdığı da bulunmuştur (140).

Mevcut literatür otoklavda yaşlanan Y-TZP seramiklerinin mekanik dayanımlarını olumlu veya olumsuz yönde etkileyebileceğini göstermektedir, ancak asıl etkisi belirsizliğini korumaktadır (14,141,142). İlk olarak yaşlanma uyarıları, t-m faz dönüşümüne cevaben mekanik dayanımı arttıran bir sertleşme mekanizmasını tetiklemektedir (47,143,144), bu durum yaşlanma süresi arttıkça zararlı etkiler yaratmaya başlamaktadır (145). Ayrıca stres oluşturu yüzey işlemleri uygulandıktan sonra yaşlanma ile meydana gelen değişiklikler hakkında literatür bilgi sınırlıdır.

2.6. Monolitik Zirkonya

Zirkonya seramikler üretildikten sonra dental pratikte büyük bir kullanım alanı bulmuşlardır. Opak yapıda ve beyaz renkte oldukları için feldspatik porselenlerle veneere edilerek, alt yapı materyali olarak kullanılmışlardır (71). Bu restorasyonların ömrünün kısalmasına sebep olan en sık karşılaşılan sorunu, veneer porselende oluşan kohesiv kırılmalardır (146). Bu sorunları önlemek için CAD/CAM sistemlerle üretilen, veneer porselen uygulanmadan kullanılabilen ve tek bir materyalden oluşan monolitik kronlar geliştirilmiştir.

Son yıllarda gelişen üstün mekanik özellikleri sayesinde monolitik zirkonyaların klinik kullanımları ve endikasyon alanları artmıştır (147). Monolitik zirkonyalar, gözeneksiz yapıya ve yüksek biyouyumluluğa sahip olmaları ve gelişmiş optik özellikleri sayesinde dişlerin doğal translüsent görünümlerine yakın estetik görünümüne sahiptirler. Bu sebeple veneer porselenleri kaplanmasına gerek duyulmamaktadır (148). Fakat yine de optik özellikleri yeteri kadar iyi değildir (149). Sadece özel boyama solüsyonları kullanılarak doğal diş rengi elde edilebilmektedir. Yapılan çalışmalarda, renk solüsyonu uygulamasının materyalin translüsensi özelliğini etkilemediği bildirilmiştir (149,150). Monolitik zirkonya seramikler, konvansiyonel zirkonya seramiklere göre daha translüsent oldukları için, rezin siman ile simantasyonları sırasında, ışık simana daha iyi nüfuz etmekte ve polimerizasyon daha iyi olmaktadır (151,152). Matsuzaki ve ark. (153), farklı renklerde monolitik zirkonya kullanarak yaptıkları bir çalışmada; monolitik zirkonyanın konvansiyonel opak yapıdaki zirkonyaya göre daha yüksek translüsensi gösterdiği ve veneer porselen içermemesine rağmen porselene benzer renk değerleri verdiği sonucuna ulaşmışlardır. Transludent zirkonya dayanıklılık açısından da, konvansiyonel zirkonya ile benzerdir. Veneerleme işlemine gereksinim duyulmamasının en büyük avantajı, chipping olarak adlandırılan, zirkonya kor materyali ile veneer porseleni arasındaki kopmaların meydana gelmemesidir (148).

Monolitik zirkonyalar, kısmi olarak yttrium ile stabilize edilmiştir. Bu da materyale; yüksek bükülme direnci vermektedir. Kırılma durumlarına karşı sergiledikleri yüksek dayanıklılık, inter-okluzal mesafenin yetersiz olduğu durumlarda bile kullanım avantajı sağlamaktadır. 0,5 mm'lik bir okluzal kalınlıkta bile yeterli direnci ve sağlamlığı gösterebilmeleri, posterior restorasyonlarda kullanımlarına izin vermektedir (154-156).

Monolitik zirkonya seramik kullanılarak yapılan ve bu materyallerin aşındırma özelliklerinin araştırıldığı birçok klinik çalışmada farklı sonuçlar görülmüştür. Farklı çalışmalarda karşıt doğal dişler üzerinde konvansiyonel zirkonya sistemlere oranla daha az, fazla ya da aynı oranda aşınma meydana getirebildiği belirtilmiştir (157). Restorasyonda mevcut olan yüzey düzensizlikleri, karşıt arka bulunan doğal diş ve/veya restorasyonlarda aşınmalara sebep olmaktadır. Bu nedenle restorasyon yüzeylerine glazür uygulanması neticesinde yüzey pürüzlülüğü minimize edilir (158). 10 hastaya monolitik zirkonya kron yapımını ve 1 yıllık kullanımlarını değerlendiren bir çalışmada, bu restorasyonların, 1 yıl sonunda doğal diş minesini metal seramik kronlardan daha az ancak antagonist diş minesinden daha fazla aşındırdığı bulunmuştur (159). Feldspatik seramiklerin doğal diş minelerini zirkonya seramiklere göre daha fazla aşındırdığı bildirilmiştir (160-162).

Geleneksel bir monolitik 3Y-TZP restorasyonu doğal dişlere oranla daha opak olur. Translüsensiyi arttırabilmek için yapı içerisindeki Al_2O_3 oranını azaltmak ve sinterleme derecesini arttırmak gibi yöntemler uygulanmıştır. Genel olarak yttrium oksit içeriği ve sinterleme sıcaklığı ne kadar yüksek olursa, kübik içerik ve translüsensi özelliği de o oranda artar. Fakat bu durum aynı zamanda materyal gücünün ve dayanımının düşmesine sebep olur. Şu anda, monolitik dental restorasyonlar için 3Y, 4Y- ve 5Y-PSZ (% mol yttrium oksit ile kısmen stabilize zirkonya) olmak üzere üç zirkonya sınıfı mevcuttur. Bu üç sınıf translüsensi ve materyal dayanıklılığı arasında bir denge sergilemektedir ve bu nedenle farklı klinik endikasyonlara sahiptir. Yakın zamanlarda, dental restorasyonların estetik özelliklerini geliştirmek için çok katmanlı (multi-layered) zirkonya sistemleri geliştirilmiştir. Doğal dişlerde insizal alan en yüksek translüsensi değerlerini gösterirken, gingival bölgeye doğru kroma ve opaklık artar. Çok katmanlı zirkonya tasarımı, doğal dişlerde gözlenen bu renk geçişini taklit etmeyi amaçlar. Bu tür zirkonyaların farklı dereceleri, kendi özelliklerine uygun çeşitli dental uygulamalar için önerilmektedir. Piyasaya sürülen ilk çok katmanlı monolitik zirkonya; Multi Layered Zirkonya (ML), Super Translucent Multi Layered zirconia (STML), Ultra Translucent Multi Layered zirconia (UTML) olmak üzere 3 farklı dereceden oluşan Katana'ya (Kuraray Noritake, Japonya) aittir. Piyasaya sürülüşünden bu yana birçok araştırmacının ve klinisyenin ilgisini üzerine çeken bu sistemlerin klinik potansiyelini anlayabilmek için, yapı-özellik ilişkisinin kapsamlı bir şekilde anlaşılması son derece önemlidir (163).

2.7. Zirkonya Restorasyonlara Uygulanan Yüzey İşlemleri

Tam seramik restorasyonların uzun dönem başarısı için materyalin bağlantı dayanımı çok büyük önem arz eder. Güçlü bir bağlanma dayanımı sağlamak için gerekli faktörlerden biri de adezyondur (164). Güçlü bir bağlanma sağlamanın esası porselen materyal, doğal diş ve siman arasında başarılı bir adeziv bağlantı kurulmasıdır. Simantasyon prosedürleri, restorasyonun retansiyonunu, dayanıklılığını, marjinlerin sızdırmazlığını ve tüm bu etkenlere bağlı olarak da uzun dönem klinik başarıyı arttıran kritik aşamalardan biridir (164-166). Tam seramik sistemlerin simantasyonunda başarı sağlamak için, klinisyenlerin seramiğin yapısını, siman malzemelerini ve uygulama prosedürlerini iyi bilmesinin yanısıra, uygulanan yüzey işlemlerine de hakim olması gerekmektedir. Simantasyon işleminden önce uygulanan yüzey işlemleri, kullanılan seramik çeşidine göre değişkenlik gösterir (165). Tam seramik restorasyonlara uygulanan yüzey işlemleriyle, simanın bağlantı gücü, iki seramik tabakası arasındaki ve tamir işlemlerinde tamir materyali ile seramik arasındaki bağlanma dayanımı artırılır. Uygulanan yüzey işlemleriyle, materyalin yüzeyindeki temas alanının artması sağlanarak, yüzey enerjisi ve ıslanabilirlik özellikleri de artırılmış olur (11,167). Böylece yapıştırma simanı mikro porözitelere akarak kuvvetli bir mikro-mekanik kilitlenme sağlar (168). Güvenilir bir bağlantı sağlayabilmek amacıyla seramik yüzeylerine mekanik, kimyasal veya her ikisinin kombinasyonu olan yüzey işlemleri uygulanmaktadır (169).

2.7.1. Plazma Sprey Yöntemi

Plazmalar, elektronik olarak uyarılmış atomlar, moleküller ve serbest radikaller gibi reaktif parçacıklar içeren kısmi iyonize gazlar olarak tanımlanabilir (166,170). Plazma sprej yöntemi yüzey adezyonunu artıran yeni bir metottür. Plazmalar yapılarında kimyasal olarak aktif parçacıklar içerdikleri için, materyallerin yüzey enerjisini artırıp, yüzey kimyasını optimize ederek yüzey özelliklerini değiştirirler (171). Plazma sprej yönteminde, kimyasal ve fiziksel özelliği farklı buharlar ve florin, klorosilan, heksametildisiloksan veya kalay oksit gibi plazmalar kullanılır (168). Plazma gazı, aktif peroksit radikallerinin ve Y-TZP gibi inert materyallerin yüzeyine uygulandığında CO ve COH gibi fonksiyonel grupların oluşumunu artırır (172). Lee ve ark. (173) yaptıkları bir çalışmada, plazmanın zirkonya seramik ile veneer porseleni arasındaki bağlantıya etkisini araştırmışlar ve plazma uygulamasının zirkonya yüzeyinin hidrofilitisini artırarak bağlantı gücünün arttırdığı sonucuna ulaşmışlardır.

2.7.2. Lazerle Pürüzlendirme

Teknolojik ilerlemelere paralel olarak, zirkonyanın simantasyonunda ve zirkonya-seramik bağlantısında lazerler kullanılmaya başlanmıştır (11,174). Lazer uygulamasının temel etkisi ışık enerjisinin ısı enerjisine dönüşümü sonucu oluşur. Lazer ve madde arasındaki en önemli etkileşim lazer enerjisinin emilmesidir. Er:YAG lazerler, ablasyon adı verilen mikropatlamalar ve buharlaşmalar sonucu partikülleri ortadan kaldırmaktadır. Er:YAG lazerlerin çalışma prensibi; lazer enerjisinin doku içerisindeki su moleküllerince absorbe edilerek, ani ısı artışının neden olduğu buharlaşmaların meydana gelmesi şeklindedir. Er:YAG lazer, su tarafından en iyi absorbe edilen lazerdir (175). Yüksek buhar basıncının neden olduğu mikropatlamalarla madde kayıpları oluşması, krater ve porların ortaya çıkarak mikromekanik retansiyonu geliştirir (176). Dental lazerler kullanılarak yapılan mine ve dentin pürüzlendirilmesinde sıklıkla Er:YAG lazerlerin kullanıldığı bildirilmiştir (177). Fakat bunların tam seramikleri simantasyona hazırlamak için pürüzlendirme etkinlikleri belirsizdir (176). Akyıl ve ark. (178), yaptıkları çalışmada kumlama ve silika kaplamanın en etkili yüzey işlemleri olduğunu belirtmişlerdir. Aynı zamanda Er: YAG lazerin tek başına kullanılması ve Nd: YAG lazerin kumlamadan sonra uygulanmasının rezin siman ve zirkonya arasındaki bağlanma dayanımının artırılmasında alternatif yöntemler olduğunu belirtmişlerdir. Üşümez ve ark. (179) da Nd:YAG lazerin YTZ-P yüzey pürüzlülüğünü ve rezin bağlanma dayanımını arttırdığını bildirmişlerdir. Son zamanlarda femtosecond lazer kullanılarak zirkonya yüzey özelliklerinin ve bağlanma dayanımının incelendiği çalışmalar da vardır (180,181).

2.7.3. Kumlama

Kumlama yönteminde oksitler ve debris porselen yüzeyinden uzaklaştırılarak, materyalin yüzey enerjisinin ve seramik ile rezin arasındaki bağlantı gücünün artırılması sağlanır. Porselen ve metal yüzeylere alüminyum oksit kumu uygulandığında kompozit ile rezin bağlantısının daha kuvvetli olmasını sağlayan pürüzlendirilmiş ve temizlenmiş yüzeyler meydana gelir. Bu amaçla yapılan çalışmalarda genellikle 50 µm veya 110 µm Al₂O₃, farklı basınç ve uzaklık parametreleri kullanılarak uygulanmıştır (182,183). Al₂O₃ tanecikleri materyal yüzeyine hızla çarptığında kompleks reaksiyonların olduğu ve yüzey enerjisinin aktive olduğu belirtilmiştir. Seramik yüzeyi ile rezin siman arasında adeziv bağlantı dayanıklılığını arttırabilmek için, kimyasal bağlantı ajanı yüzeye uygulanmadan önce tekniklerin çoğunda kumlama işleminin gerekliliği vurgulanmaktadır (77,184).

Kumlamanın etkinliđi, kum partiküllerinin büyüklüğü, kumlama basıncı ve süresi, kumlama açısı gibi deđişkenlerden etkilenir (185). İşlemin yüksek basınç uygulanarak yapılması, materyalde kopmalara ve aşırı madde kaybına sebep olabileceđi için, silika bazlı tam seramiklerde kullanımı önerilmemektedir (186).

Zirkonya seramiklerde kumlama işlemi, uygulanan parametrelere bađlı olarak iki farkararklı sonuca neden olmaktadır. Bunlardan ilki materyal yüzeyinde mikro çatlakların oluşmasıyla kırılma dayanımının düşmesi (187), ikincisi ise faz dönüşümü ve buna bađlı olarak sıkıştırma kuvvetlerinin ortaya çıkmasıyla çatlak yayılımının engellenmesi, dolayısıyla kırılma dayanımının artmasıdır (188). Bazı araştırmacılar, transformasyon dönüşümünü ortadan kaldırmak veya tersine çevirmek amacıyla, kumlama işleminden sonra zirkonyaya tekrar ısı uygulanmasını (186,189) ya da kumlamanın sinterleme işleminden önce yapılmasını önermişlerdir (186,189-191). Moon ve ark. (190), uygulanan yüzey işlemlerine göre rezin siman ile Y-TZP seramik arasındaki bađlantı dayanımını inceledikleri çalışmalarında, sinterizasyon işleminden önce yapılan kumlamanın materyaldeki monoklinik fazı azalttıđını ve zirkonya dayanımını arttırabileceđini bildirmişlerdir.

Inokoshi ve ark. (192), yaptıkları bir meta-analizde mekanik ve kimyasal yüzey işlemlerinin birlikte kullanılmasının rezin bađlantısına katkıda bulunduđunu bildirmişlerdir. Ayrıca bu çalışmada MDP içerikli primer uygulamasının kumlamadan sonra kullanılmasının, rezin siman-zirkonya bađlantısının yaşlanma direncini arttırdıđı vurgulanmıştır.

2.7.4. Selektif İnfiltrasyon Asitleme (SIE)

Bazı araştırmacılar, pürüzsüz olan zirkonya yüzeyindeki grenlerin arasını ısı ile indüklenen selektif infiltrasyon asitleme (SIE) yöntemiyle genişletme prensibi üzerine çalışmalar yapmıştır. Bu asitleme işlemi sonrasında grenlerin arasında oluşan boşlukların ince bir tabaka cam infiltrasyonu ile yeniden dolması sağlanır. Böylece oluşturulmuş 3 boyutlu cam ađ tabakası asitlenip pürüzlendirilerek siman ve zirkonya arasındaki bađlantı kuvveti arttırılır (193). Bu teknikte kumlama sonrasında görülen, zirkonya yüzeyindeki stres konsantrasyon alanları, çatlak oluşumu ve yayılımı gibi olumsuz etkilerin ortaya çıkmadıđı bildirilmiştir (194,195).

2.7.5. Döner Alet ile Aşındırma

Döner aletlerle pürüzlendirme, elmas gibi sert parçacıklar yardımıyla seramik yüzeyinin aşındırılması işlemidir (196). Frezle aşındırma işlemi, seramiklerin yüzey topografyasını, pürüzlülük değerlerini ve yüzey enerjisini değiştirir (167). Bu işlem için kullanılan frezlerin gren boyutu ve hızı, materyale uygulanan basınç, uygulama süresi gibi değişkenler, işlem sonrasında elde edilen yüzey pürüzlülüğünün miktarını etkileyen faktörlerdir (197). Elmas frezlerin kullanımı diğer yöntemlere oranla daha pürüzlü yüzeylerin elde edilmesini sağlayarak rezin siman-zirkonya bağlantısını arttırmıştır (198). Ancak zirkonya seramiklerde uygulanan bu yöntem, materyal yüzeyinde daha fazla stres oluşumuna ve faz dönüşümüne (tetragonal→monoklinik) sebep olarak bükülme dayanımını düşürmektedir (199). Aşındırma işleminin zirkonya seramiklerin eğilme dayanımına etkisi tartışmalı bir husustur. Aşındırmanın sertliği, lokal olarak gelişen ısıya göre t-m dönüşümü ve dönüşmüş zirkonyanın hacim yüzdesi materyalin stabilitesi ile ilişkilidir (14,188,200,201). Aşındırma işlemi sonrasında, dental seramiklerin dayanımının düştüğünü gösteren başka birçok çalışma mevcuttur (14,129,195,202).

Frezle pürüzlendirme, işlemin uygulandığı seramiğin mikroyapısına göre değişmekle birlikte, çatlak oluşumu veya mevcut çatlakların yayılmasına sebep olabilmektedir (77,189).

2.7.6. Tribokimyasal Silika Kaplama

Seramik yüzeyine uygulanan yüzey uygulamalarından bir diğeri de tribokimyasal silika kaplama yöntemidir (198,203). Bu yöntem özel aletlerin kullanıldığı çeşitli sistemlerin vasıtasıyla gerçekleştirilmektedir. İşlem, porselen yüzeylerinin camsı karakterde, ince bir silikat tabakasıyla kaplanması esasına dayanır (204). Kullanılan silika kumlama işlemi sırasında, çarpmanın etkisiyle; uygulanan kum yüzeyde 15 µm derinliğe kadar gömülür. Materyalin yüzeyi silika ile modifiye hale gelerek, silan ile kimyasal bağ kuracak özelliğe kavuşur (205). Bu amaçla en yaygın kullanılan iki sistem CoJet (3M ESPE, Seefeld, Almanya) ve Rocatec (3M ESPE, Seefeld, Almanya) sistemleridir (206). CoJet, metal-seramik ve tam seramik restorasyon kırıklarının kompozit rezin ile direkt tamiri gibi klinik prosedürler için, Rocatec ise laboratuvar kullanımı için tasarlanmıştır (207).

2.8. Yapay Yaşlandırma

Ağız içinde kullanılan materyaller, yemek, içmek, nefes almak gibi fizyolojik fonksiyonlar neticesinde tekrarlayan ısı ve ph değişimlerine maruz kalırlar (208,209). Termal etkiler restoratif materyallerde büzülme ve genleşmeler yaratarak, boşluk ve mikrosızıntıların artmasına sebep olur (210). Bu materyallerle ilgili deneylerin in-vivo koşullarda yapılmasının zaman alıcı ve zor olması nedeniyle, etkinliklerini değerlendirmek ve uzun dönemdeki davranışlarını önceden öngörebilmek amacıyla laboratuvar koşullarında birtakım yöntemler uygulanır. Bunlar; termal siklus, suda bekletme, eskitme cihazında bekletme, buharlı otoklav ve yük uygulaması gibi yapay yaşlandırma yöntemlerdir (211,212).

Termal siklus deneylerinde, örneklerin bir kez soğuk ve bir kez sıcak suya daldırılması işlemi “devir”, bu sırada geçen toplam süre “devir süresi” olarak tanımlanmaktadır. Devir sayıları 500 ile 50.000 arasında değişmektedir (213). Sıcaklığı 5 °C ve 55 °C olan su banyoları içerisine 10000 termal siklus, yaklaşık olarak 1 yıllık in-vivo fonksiyona karşılık gelmektedir (209).

Zamana veya yaşlanma kinetiğine bağlı monoklinik fazın gelişme oranı, yaşlanma ortamından; yani basınç, sıcaklık ve maruz kalma süresinden etkilenir (214). Y-TZP'nin yaşlanma davranışını belirlemede zaman kazanmak için, basınç altında hızlandırılmış yaşlanma gereklidir (215). Genel bir fikir birliği, 1 saat otoklav yaşlanmasının in-vivo olarak 3-4 yıla eşdeğer olduğu; dolayısıyla 5 saatlik hızlandırılmış yapay yaşlandırmanın tipik olarak 15 yıldan uzun bir süreye tekabül ettiği şeklindedir (216,217). ISO 13356'ya göre, 5 saat boyunca 134 °C ve 2 bar basınç altında hızlandırılmış yapay yaşlandırma tavsiye edilir (214). Ayrıca yine ISO 13356'ya göre bir zirkonyanın biyomedikal uygulamalarda kullanılabilmesi için, monoklinik faz içeriğinin 134 °C ve 2 bar basınç altında 5 saatlik yaşlandırma prosedürünün ardından %25'ten az olması gerekmektedir (215).

2.9. Seramik Yüzeylerinin Topografik İncelenmesi

2.9.1. Profilometre Analizi

Bu analiz konvansiyonel olarak yüzey pürüzlülüğü ölçmede kullanılır. Teknik, sıklıkla pürüzlülüğü ölçülen obje ile yüzey teması gerektirir. Örneğin yüzeyindeki

düzensizlikleri ölçmek için, örneğe temas ederek yüzey boyunca sürüklenen bir uç kullanılır. Kontak profilometre tekniğinin önemli bir kuralı ucun yüzeye dik hareket ettirilmesi gerektiğidir (218). Ölçüm yapılan cihaz ile 3 değer saptanır. Bunlardan “Ra” yüzeyin ortalama pürüzlülüğünü, “Rz” yüzeydeki en yüksek sivri uçların (pik) ortalamalarını, “Rpm” yüzeydeki en derin noktaların ortalamalarını ifade eder. Rpm\Rz oranı yüzey profili hakkında önemli bilgiler verir. Şayet bu değer 0,5’in üzerindeyse yüzey keskin sırt profili içeriyor anlamı taşır. Oran 0,5 değerinden düşük olursa da yuvarlak profiller içeriyor demektir (219). Ra değerinin 0,2 µm’den daha az olduğu durumlarda, parlak görünümlü ve bakteri tutunmasının zorlaştığı bir yüzey karakteristiğinin varlığı düşünülebilir. Bu sebeple restoratif materyallerin oral ortamda kullanımı için, ortalama yüzey pürüzlülük değerinin 0,2 µm’nin altında olması gerekmektedir (220,221).

2.9.2. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)

Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) yüzey analizi yapmak amacıyla kullanılan bir cihazdır. Görüntü alma mekanizmasına bağlı olarak boyamaya, dehidratasyona, ince filmle kaplamaya ve vakumlu bir ortama ihtiyaç yoktur (222). AFM cihazında çok hassas bir iğnenin örnek yüzeyini taraması neticesinde atomlar arası kuvvetler nanonewton hassasiyeti ile ölçülür. Piezoelektrik güç vericileri kullanılarak ölçüm yapacak ucun uzaysal pozisyonunun ayarlanması sağlanır ve böylece yüzey özellikleri büyük bir doğrulukla tespit edilir. Bu şekilde örneğin bilgisayar ortamına aktarılan yüzey verileri, yazılım aracılığıyla derlenerek ya numunenin görüntüsü elde edilir ya da iğne ve numune arası etkileşimler ölçülür (223). X, Y ve Z düzlemlerinde ölçüm yapabilen AFM temel olarak kontrol ünitesi, piezoelektrik tüp, bilgisayar ünitesi ve needle sensörden oluşmaktadır (224). AFM, hem obje yüzeyinin 3 boyutlu görüntüsünü oluşturarak incelemeye izin verir hem de yüzey pürüzlülüğü parametrelerini rakamsal olarak kaydeder. Fakat tarama yapılacak alan diğer yöntemlerle kıyaslandığında çok dar olduğu için, tekrarlanacak ölçümlerde aynı bölgeyi yeniden bulmak zordur (225-227). AFM’ nin çalışma prensibine bakıldığında obje yüzeyinden tarayıcı proba kütle çekimi ile bir kuvvet uygulandığı ve bu kuvvetin ucu taşıyan desteğin eğilmesine sebep olduğu anlaşılmaktadır. Destekteki eğimi ölçerek, obje yüzeyi ile tarayıcı uç arasında oluşan etkileşimli kuvveti saptamak da mümkündür (228,229).

2.9.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

SEM analizi materyallerin yüzey morfolojilerini değerlendirmede kullanılan analiz tekniklerinden birisidir (230). Ayrım gücünün yüksek olması, odak derinliği, görüntü ve analizi birleştirme özellikleri gibi durumlar taramalı elektron mikroskobunun araştırma ve incelemelerde sıklıkla kullanılan bir cihaz olmasını sağlamıştır (231). SEM analizi, objelerin yüzeylerinden yansıyan elektronlar kullanılarak bunların görüntüye dönüştürülmesi işlemidir. İncelenecek örneklerin işlem öncesinde ince bir metal (örneğin altın) kullanılarak kaplanması gerekmektedir. Bu yöntemde obje üzerine, dar ve giderek artan elektron demetleri gönderilerek, obje taranır. Örneğe gönderilen elektronlar, çarptığı bölgedeki yüzey atomlarından sekonder elektronlar yayılmasına neden olur ve bu kopan elektronlar özel dedektörler kullanılarak yakalanırlar. Cihazın yakaladığı sekonder elektronlar elektrik akımına dönüştürülerek büyütülür. Bu elektriksel sinyaller yardımıyla görüntü bilgisayar ekranına aktarılır (232). SEM analizinde, örnek yüzeyine gönderilen elektron etkileşimleri sonucunda oluşan X ışınları, incelenen objede herhangi bir hacim kaybı yaratmadığı için, aynı yöntemle aynı materyal defalarca analiz edilebilir. Bu nedenle SEM analizi “yıkıcı olmayan” bir yöntem olarak değerlendirilmektedir (233).

2.10. X-Işını Kırınımı Analizi (XRD)

X-ray difraksiyon (XRD) materyallerin kimyasal ve kristallografik yapısı hakkında detaylı bilgi edinmeyi sağlayan, çok yönlü, materyalde herhangi bir tahribat yaratmayan tekniktir. Sadece atom dizileri hakkında değil aynı zamanda atomların yerleşimleri hakkında da bilgi verir (234). XRD analizinin bu temel kullanım alanının yanı sıra, kimyasal analizlerde miktar ve kalitenin belirlenmesi, çeşitli fiziksel etkilerin materyalde oluşturduğu streslerin incelenmesi ve yeni materyallerin geliştirilmesi gibi farklı kullanım alanları da mevcuttur (235).

XRD; zirkonyanın transformasyon kinetiğini, tahribatsız, nicel değerlendiren geleneksel bir tekniktir. Kullanılan X ışını birkaç mm genişliğinde olduğu için, teknik genellikle örnek yüzeyinin bir kısmının değerlendirmesini yapar (217). Yüksek enerjili ve dalga boyları düşük olan X ışınları, kristal yapıları örnek üzerine gönderildiği zaman, materyale ait atom veya iyonlardaki elektronlar tarafından kırılarak farklı istikametlere dağıtılırlar (235). Dağıtılan radyasyonun yoğunluğu çarpma açısına göre değişmektedir. Dalgaların birbirleriyle uyumlu bir şekilde birleşmesine ‘kırınım’ denir (236).

Difraktometre, incelenen materyaldeki kırınımın en fazla olduğu açılar tespit ederek kristal yapının geometrisi ve boyutunun anlaşılmasını sağlar. İnce taneciklerden oluşan polikristalin materyaller için en çok kullanılan difraksiyon tekniği monokromatik X radyasyonudur (235). X-ışını kırınımı metodu kristallerin atomik yapısını belirlemekle kalmaz, ideal düzenden sapmaları da ortaya çıkarır (237).

Y-TZP polikristalin yapıda bir materyaldir ve kristal yapıda meydana gelen faz dönüşümleri zirkonya materyallerinin önemli bir özelliğidir. XRD yöntemi kullanılarak zirkonya esaslı materyallerin uygulanan yüzey işlemleri ve yaşlandırma sonrasında, yapılarında ortaya çıkan faz dönüşümleri incelenebilmektedir. Zirkonyum dioksitin difraksiyon grafiğinde, yüzey işlemlerinden önce ve sonra tetragonal fazın tepe (pik) noktası farklı seviyelerde görülebilir (238).

Numune üzerine gönderilen, dalga boyu bilinen X-ışınları Bragg kanununa göre malzemedeki düzlemler tarafından farklı açılarda kırınıma uğratılır. Bu yöntem ile elde edilen paternler her bir faz için parmak izi niteliğinde olup, malzeme içerisinde bulunan fazların tayinini sağlar. Bragg Yasası denklemi aşağıda verilmiştir (234).

$$2d (\sin\theta) = \lambda$$

d= Kristal düzlemleri arasındaki mesafe

θ = Saçılan elektron demeti ile kristal düzlemleri arasındaki açı

λ = X ışını dalga boyu

2.11. Tam Seramiklerin Eğilme Dayanımını Saptamada Kullanılan Mekanik Testler

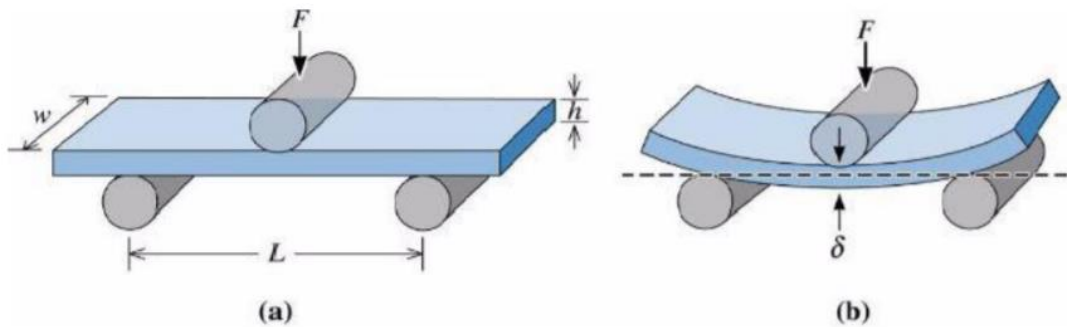
Oral ortamda restoratif amaçlı kullanılacak her materyalin yeterli dayanıklılık ve mekanik özelliklere sahip olması gerekmektedir. Dayanıklılık terimi, materyalin kırılması esnasında görülen en yüksek stres değeri olarak tanımlanır ve dental seramikler gibi kırılğan materyallerin başarısını belirleyen en önemli mekanik özelliklerden biridir (36,239). Alt yapı seramiklerinin dayanıklılıklarını değerlendirmek için farklı laboratuvar testleri kullanılır (14). Kullanılan materyalin cinsi, kalınlığı, elastikiyet katsayısı, saklama ve yükleme koşulları, ısıl döngü ve örnek geometrisi gibi test değişkenlerinin, incelenen materyalin dayanım değerleri üzerinde önemli etkileri bulunur (240).

Klinik performans, incelenen materyalin dayanıklılığı ile doğrudan ilişkilidir. Materyallerin gerilim stresleri farklı testler kullanılarak ölçülebilmektedir. Kullanılan test yöntemleri örnekler üzerinde oluşan gerilmelerin doğasına göre sınıflandırılmıştır: eğilme, burkulma, makaslama, sıkışma ve gerilim (241).

Seramiklerin mekanik özelliklerini test etmek için eğilme dayanımının ölçülmesi önemlidir. Çünkü seramikler yapıdaki çatlakların etrafındaki gerilim stresleri karşısında deformasyona eğilimlidir. Bu materyaller, gerilim altında baskı streslerine göre daha güçsüzdür (242). Eğilme dayanımı, kırılma ile ilişkili bir mekanik özelliktir ve eğilme dayanımı fazla olan maddeler restorasyonun kullanımı sırasında kırılmaya karşı daha az hassasiyete sahiptirler (243). Tek eksenli ve iki eksenli eğme testleri olarak, seramik materyallerin direncini değerlendirmede kullanılan farklı yöntemler mevcuttur. Dental pratikte kullanılan materyaller fonksiyon gördükleri sırada çok yönlü aksiyal yüke maruz kalırlar. Bu sebeple iki eksenli eğme testleriyle materyal dayanımı daha etkin bir şekilde ölçülüp değerlendirilebilir (239,244).

2.11.1. Tek Eksenli (Üniaksiyal) Eğme Testleri

Kırılgan materyallerin çeşitli uçlar arasına yerleştirilerek statik eğme yüklemesi altında dayanımının bulunması eğilme dayanıklılığı olarak adlandırılır (245). Üç nokta eğme testinde, dikdörtgen şeklindeki örnek iki silindirik destek üzerine yerleştirilerek desteklenmekte ve orta noktadan yük uygulanmaktadır (Şekil 6). Dört nokta eğme testinde ise örnek aynı şekilde iki desteğin üzerine yerleştirilmektedir. Yük uygulanan iki nokta, her bir destekten aralarındaki mesafenin dörtte biri kadar uzakta konumlandırılmaktadır (246). Üç nokta eğme testi ile ulaşılan sonuçlar dört nokta eğme testine göre genellikle %30-40 oranında daha yüksek değerler verir (247).



Şekil 6. 3 nokta eğme testinin şematik gösterimi (248)

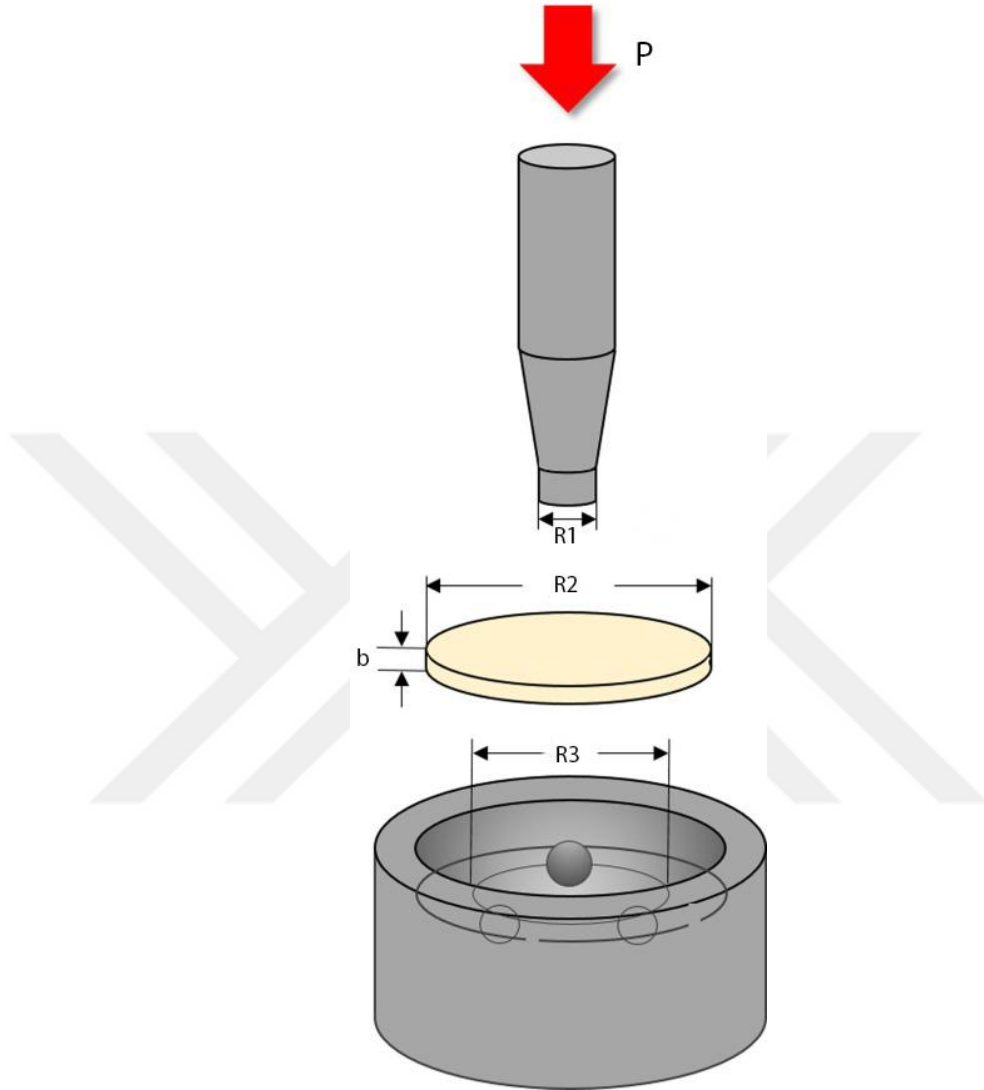
3 ve 4 nokta eğme testleri dental materyallerin standart test yöntemlerinden olsalar da, ortaya koydukları sonuçlar materyallerdeki defektlerden ve üretim hatalarından etkilenebilmektedir (36,249,250). Böylece, bu testlerle elde edilen dayanım değerleri, materyalin esas dayanımına göre daha düşük değerlerde çıkabilmektedir (251). Biaksiyal eğme testleri üretim hataları ve defektlerden etkilenmez, dolayısıyla bu problemler ortadan kaldırılır (36,251). Yani üniaksiyal test ile kıyaslandığında, dayanım değerlerinde daha az varyasyon ortaya çıkar ve daha güvenilir sonuçlar verir (251).

2.11.2. İki Eksenli (Biaksiyal) Eğme Testleri

Test materyalleri disk şeklinde hazırlanır ve merkezi noktadan kuvvet uygulanır. Aynı zamanda kuvvet uygulanmayan diğer yüzün kenar noktalarından simetrik olarak bir karşı kuvvet oluşturulur ve maksimum stres, merkezi yükleme alanında meydana gelir. Bu sayede kenar kusurlarından kaynaklanan başarısızlıklar daha az görülür. Biaksiyel eğme testleri farklı yöntemler ile uygulanabilir:

- Çember üzerine çember (ring on ring)
- Çember üzerine top (ball on ring)
- Üç top üzerine piston (piston on three balls) (27,252,253)
- **Ring-on-ring (Üst üste halkalar tekniği):** Disk şeklindeki örnek eş merkezli daha küçük çapta bir halka ile desteklenir. Bu test, genelde cam dayanıklılığını ölçmek için kullanılan standardize bir yöntemdir. (254).
- **Ball-on-ring (Halka üzerine bilye tekniği):** Test materyalleri halkalarla desteklenerek merkezinden bir küre ile yüklenir. Seramik kor materyalinin, tabakalama porseleni ve iki tabakalı disklerin biaksiyal eğilme dayanımının belirlenmesi amacıyla kullanılır. Uygulanan kuvvet, örneği destekleyen küreler üzerinde eşit dağılmalıdır; bu sebeple disk şeklindeki örneklerin yüzeyleri mutlaka düz olmalıdır (254).
- **Piston-on-3-ball (3 bilye üzerine piston tekniği):** 3 küre üzerine pistonla basınç uygulama testi, ASTM F394-78 ve ISO 6872 tarafından standardize edilmiştir (255). ISO 6872’de makine pistonunun hızı $1\pm 0,5$ mm/dk olmalıdır. Çapları $3,2\pm 0,5$ mm olan 3 adet çelik top, aralarında 120°C olacak şekilde, çapı 10-12 mm arasındaki çember üzerine yerleştirilir. Eğme dayanımı testine tabi tutulacak olan örnek, bu

çelik bilyelerin üzerine çember ile eş merkezli olacak şekilde konumlandırılarak, çapı 1,2-1,6 mm olan, düz yüzeyli bir piston ile yüklenir. Hazırlanmış örneğin kalınlığı $1,2\pm 0,2$ mm ve çapı 12-16 mm olmalıdır (256) (Şekil 7).



Şekil 7. Biaksiyal kırılma testi düzeneğinin şematik gösterimi. R1: Kırıcı ucun çapı, R2: Örneğin çapı, b: örneğin kalınlığı R3: 3 adet çelik topun yerleştirildiği çemberin çapı (257)

Bu çalışmanın amacı farklı kumlama ve sinterleme protokollerinin monolitik zirkonya üzerinde meydana getirdiği yüzey pürüzlülüğü, faz dönüşümü ve eğilme dayanımını incelemektir. Çalışmanın sıfır hipotezi farklı kumlama ve sinterleme protokollerinin ve yapay yaşlandırmanın incelenen değişkenler üzerinde herhangi bir farklılığa yol açmayacağıdır.

3. GEREÇ VE YÖNTEM

Bu çalışma Aydın Adnan Menderes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından DHF-18003 no'lu proje kapsamında desteklenmiş olup, araştırmamız için gerekli olan etik kurul onayı Aydın Adnan Menderes Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Klinik Araştırmalar Etik Kurulu'ndan alınmıştır (ADÜDHF2018/033) (Ek.1).

Çalışmanın örneklem büyüklüğü Souza ve ark.'nın (258) çalışması referans alınarak G*Power (version 3.1.9.2, Düsseldorf, Almanya) programı üzerinden etki büyüklüğü 0,4; tip I hata düzeyi 0,05; %80 güçte ve 8 grup üzerinde toplamda 104 örnek olarak hesaplanmıştır.

Bu çalışmada KATANA Multi Layered Zirconia T18 A White C (Kuraray Noritake Dental Inc. Tokyo, Japan) Y-TZP seramik blok kullanılmıştır (Resim 1). Çalışmada kullanılan blokların üretici firması, lot numaraları ve içeriği tablo 1'de verilmiştir.



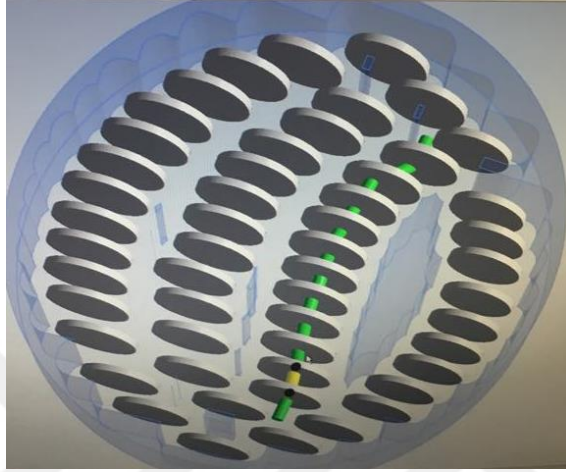
Resim 1. Çalışmada kullanılan zirkonya blok

Tablo 1. Y-TZP bloğun üretici firması, lot numarası ve içeriği

Materyal	Üretici Firma	Lot Numarası	İçerik
KATANA Multi Layered (ML) Zirconia T18 A White C	Kuraray Noritake, Dental Inc., Tokyo, Japonya	DIGTG	ZrO ₂ + HfO ₂ : %90-95 Y ₂ O ₃ : %5-8 Diğer: %0-2

3.1. Örneklerin Hazırlanması

Toplamda 104 adet disk şeklinde zirkonya örnek; standardizasyonu sağlamak amacıyla CAD/CAM sisteminin yazılım programında (Dental Wings Software, Dental Wings Inc, Montreal, Kanada) %20 oranındaki sinterizasyon büzülmesini kompanse etmek amacıyla büyütülmüş boyutlarda (15 mm çap, 1,5 mm kalınlık) tasarlandı (Resim 2).



Resim 2. Bilgisayar yazılımı kullanılarak örneklerin tasarlanması

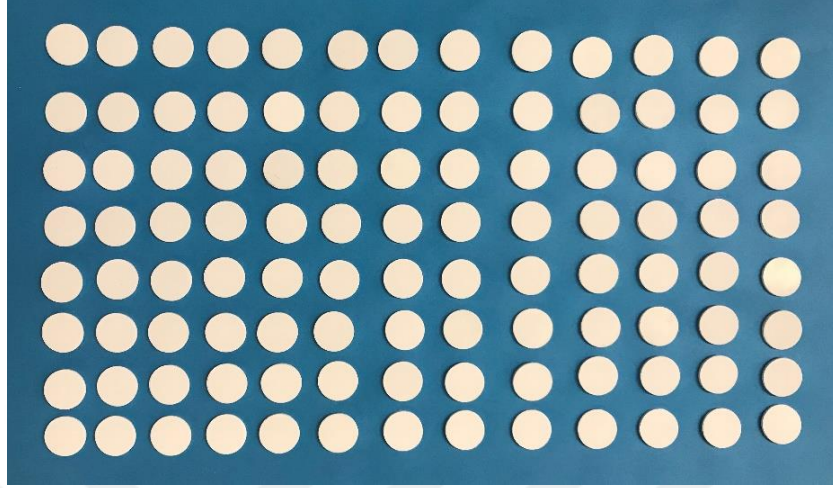
Veriler bilgisayar destekli üretim sisteminin freze ünitesine (Yenamak D40, Yenadent Ltd. İstanbul, Türkiye) aktarıldı. Örnek çapına uygun olarak seçilen 18 mm kalınlığında, 98,5 mm çapındaki disk şeklindeki presinterize YTZ-P seramik blok freze ünitesine yerleştirilerek örnekler şekillendirildi (Resim 3).



Resim 3. Disklerin frezeleme ile şekillendirilmesi

Bağlantı yerlerinden kesilerek elde edilen örnekler sinterleme işlemi öncesinde pürüzsüz standart yüzeyler oluşturmak amacıyla sırasıyla 600, 1000 ve 1200 grit silikon karbid (SiC) aşındırma kağıtları ile (English Abrasives&Chemicals Ltd, Stafford, ABD) ile

akan su altında zımparalanarak düzeltildi. Zımparalanan örneklerin boyutları dijital kumpas (TorQ 150 x 0,01 mm Digital Caliper, Çin) ile ölçülerek kontrol edildi. Elde edilen örneklerin görüntüsü resim 4’de verilmiştir.



Resim 4. Zımparalama işlemi sonrası elde edilen örnekler

3.2. Test Gruplarının Oluşturulması

Hazırlanan zirkonya örnekler randomize olarak her bir grupta 13 örnek olacak şekilde 8 eşit gruba bölündü. Tablo 2’de çalışmadaki gruplar özetlenmiştir.

Tablo 2. Deney grupları ve gruplara uygulanan işlemler

	Kumlama (50 μ m)	Yaşlandırma
Grup 1 (kontrol -)	—	—
Grup 2 (kontrol +)	—	+
Grup 3	Sinterleme işleminden önce	—
Grup 4	Sinterleme işleminden önce	+
Grup 5	Sinterleme işleminden sonra	—
Grup 6	Sinterleme işleminden sonra	+
Grup 7	Sinterleme işleminden önce ve sonra	—
Grup 8	Sinterleme işleminden önce ve sonra	+

3.3. Sinterleme Prosedürlerinin Uygulanması

Hazırlanan örnekler, yüzeydeki artıkların temizlenebilmesi için ultrasonik temizleyicide (Cleanex 2801, Everest Elektromekanik, İstanbul, Türkiye) distile su içerisinde 10 dakika bekletildi (Resim 5).



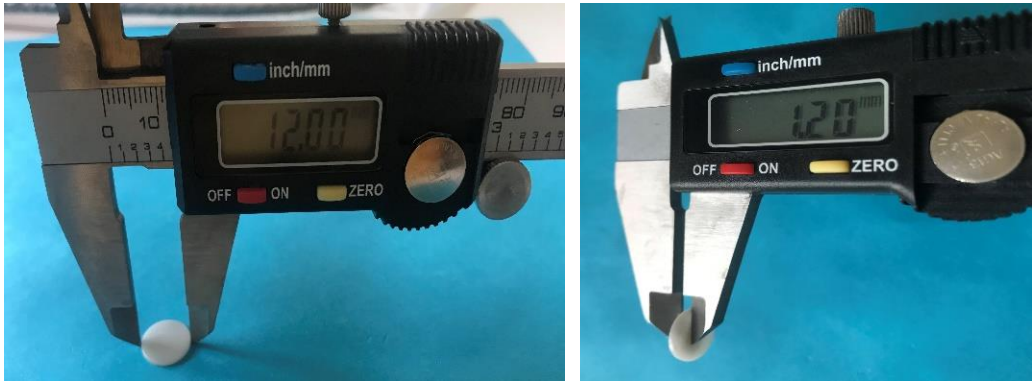
Resim 5. Örneklerin ultrasonik temizleyiciye yerleştirilmesi

Daha sonra örneklerin yarısı 1500 °C'de (2 saat bekletme süresi, 10 °C/dk ısınma ve soğutma hızı) toplamda yaklaşık 7 saat sürede üretici talimatlarına göre sinterlenerek final boyut ve yoğunluğuna ulaştı. Üretici firma tarafından belirlenen sinterleme parametreleri (sıcaklık ve süre değerleri) şekil 8'de gösterilmiştir.



Şekil 8. Üretici firma tarafından belirlenen sinterleme parametreleri

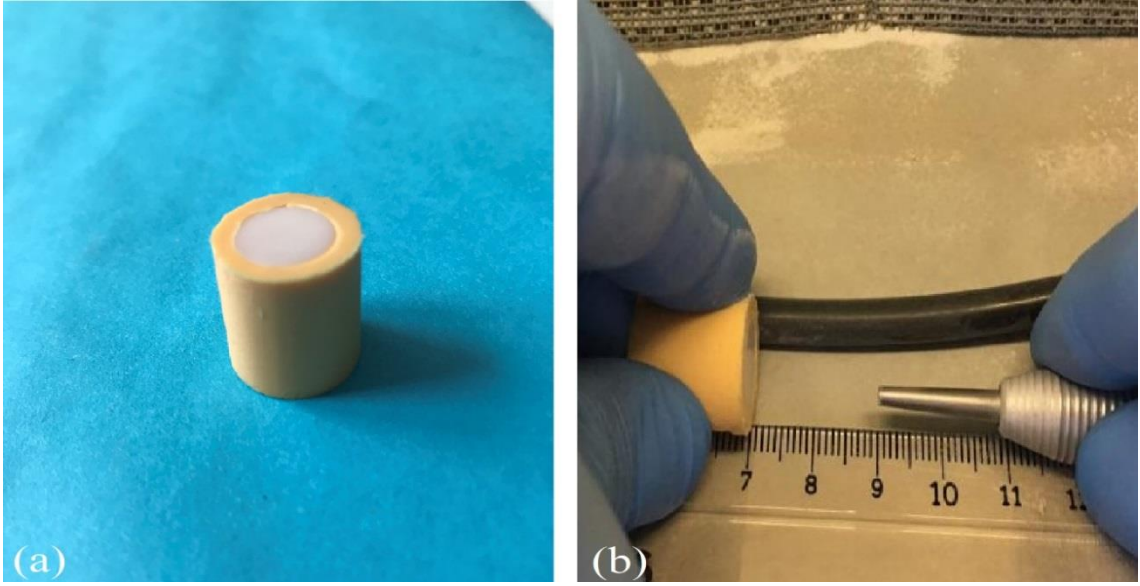
Sinterleme işlemi sonrasında örnekler %20 büzölmeye uğrayarak ISO 6872 standardına uygun olan 12.0 mm çap ve 1.2 mm kalınlık değerlerine ulaştı (Resim 6).



Resim 6. Örneklerin sinterleme sonrası final boyutları

3.4. Sinterleme Öncesi Kumlama Prosedürlerinin Uygulanması

Kumlama işlemi sırasında manipülasyon kolaylığı ve standardizasyonu sağlayabilmek için örnekler hazırlanan silikon index (Elite HD Zhermack, Badia Polesine, İtalya) içerisine yerleştirildi (Resim 7). Başlangıçta sinterleme işlemi uygulanmayan 52 örneğin yarısı 20 saniye, diğer yarısı ise 10 saniye olmak üzere 50 μm Al_2O_3 kumu (Mega Strahlkorund, Megadental GmbH, Büdingen, Almanya) ile 3 bar basınç altında 20 mm uzaklıktan dairesel hareketler uygulanarak tek bir araştırmacı tarafından kumlandı (Resim 8). Bu örnekler de kumlama işlemi sonrasında aynı prosedür ile sinterlendi.



Resim 7. (a) Kumlanacak örneğin silikon indekse yerleştirilmesi, (b) Kumlama mesafesinin ayarlanması



Resim 8. Sinterleme işleminden önce 20 saniye kumlanan örneğin yüzey görüntüsü

3.5. Sinterleme Sonrası Kuşlama Prosedürlerinin Uygulanması

Daha önceden yüzey işlemleri yapılmadan direkt olarak sinterlenmiş 26 örneğe, sinterleme sonrasında da kuşlama işlemi uygulanmamış olup bu örnekler kontrol grubu olarak belirlendi. Önceden sinterlenen diğer 26 örnek sinterleme sonrası aynı parametreler ile 20 sn kuşlandı. Sinterleme öncesinde 10'ar saniye kuşlanmış olan 26 örnek ise sinterleme işlemi sonrasında 10'ar saniye daha kuşlandı. Böylece kuşlama işlemi yapılan tüm örneklerde toplam 20 saniye süreye ulaşıldı. Sonuç olarak, yapay yaşlandırma öncesinde her bir kuşlama protokolü için 26'şar örnek hazırlanmış oldu.

3.6. Yapay Yaşlandırma İşleminin Uygulanması

Kuşlama ve sinterleme işlemleri sonrasında, elde edilen tüm örneklerin yarısına yapay yaşlandırma işlemi uygulandı. Yaşlandırma işlemi uygulanacak örneklerin tamamı delikli paslanmaz metal petri kutularının içerisine konuldu (Resim 9).



Resim 9. Örneklerin metal petri kabına yerleştirilmesi

Örnekler ISO 13356 standardına göre 134 °C sıcaklık ve 2 bar basınç altında 5 saat süre ile buharlı otoklavda (STR-130, Tek-Bal Tıbbi Cihazlar, İstanbul, Türkiye) yapay yaşlandırmaya maruz bırakıldı (Resim 10).



Resim 10. Çalışmada kullanılan otoklav cihazı

3.7. Yüzey Pürüzlülüğünün Ölçülmesi

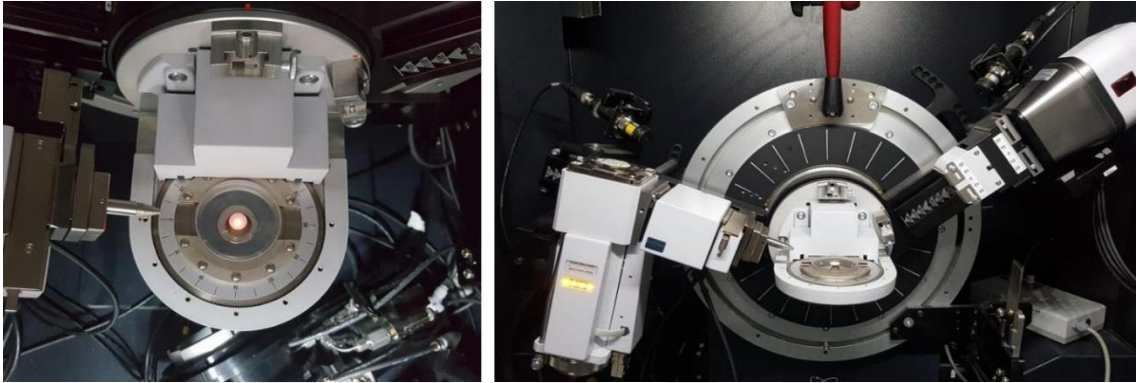
Yüzey ve yaşlandırma işlemlerinden sonra bütün örnekler distile su içeren ultrasonik temizleyicide 10 dakika bekletildi. Bütün örneklerin yüzey pürüzlülüğü profilometre cihazı (Mitutoyo SJ-210, Mitutoyo, Minato-ku, Tokyo, Japonya) kullanılarak ölçüldü. Cihaz yüzey pürüzlülüğü ölçümleri sırasında her 5 örnekte bir kalibre edildi. Ortalama yüzey pürüzlülüğünü (Ra) belirlemek için örnek yüzeyinde 0,5 mm/sn hızda, toplamda 3 yatay, 3 dikey ve 3 çapraz yönde olmak üzere 9 farklı bölgeden ölçüm yapılarak ortalamaları alındı (Resim 11).



Resim 11. Profilometre cihazı ile yüzey pürüzlülüğü ölçümü

3.8. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi

Örneklerin kristal yapı analizleri, monokromatik CuK α ışını kullanan X-ışını difraktometre (Bruker D8 Advance, Bruker AXS, Karlsruhe, Almanya) ile yapıldı (Resim 12). XRD taramaları akım ve voltaj değerleri sırasıyla 40 mA ve 40 kV değerlerine ayarlanarak, 0,019⁰ adım aralığı ile 20-40 2 θ açıları arasında yapıldı. Elde edilen veriler sisteme uyumlu bir bilgisayar yazılımı (EVA, Bruker AXS, Karlsruhe, Almanya) kullanılarak incelendi.



Resim 12. Örneğin XRD cihazında taranması

Örneklerin işlem yapılmış yüzeylerine uygulanan analizin sonuçlarına göre hesaplamalar yapıldı:

1) Monoklinik fazın göreceli miktarı (X_m) Garvie ve Nicholson (47) yöntemine göre aşağıdaki denklem kullanılarak belirlendi.

$$X_m = \frac{I_m(111) + I_m(-111)}{I_m(111) + I_m(-111) + I_t(101)}$$

I: Faz yoğunluğunun en yüksek değeri

m(111): Monoklinik faza ait (111) kristal geometrisi gösteren düzlem

m(-111): Monoklinik faza ait (-111) kristal geometrisi gösteren düzlem

t(101): Tetragonal faza ait (101) kristal geometrisi gösteren düzlem

2) Monoklinik hacim içeriği (V_m) Toraya ve ark.'nın (259) yöntemine göre aşağıdaki denklem kullanılarak hesaplandı.

$$V_m = \frac{1,311 * X_m}{1 + 0,311 * X_m}$$

3.9. Biaksiyal Eğilme Dayanımı Testi

Örnekleri desteklemek için 3 adet 3,2 mm çapında paslanmaz çelik top, 10 mm çapında bir dairenin üzerine yerleştirildi. Toplar, dairenin merkezine göre 120 derece açı ile konumlandırıldı (Resim 13).



Resim 13. Biaksiyal eğme testi düzeneği

Disk şekilli örnekler, merkezleri piston ile aynı eksen üzerinde ve işlem görmüş yüzeyleri aşağıya bakacak şekilde topların üzerine yerleştirildi. Örnek merkezi ile kırma ucunun aynı hizada olmasını sağlamak için metal bir kapak tasarlandı. Kırılma sırasında kuvvetlerin homojen dağılmasını sağlamak ve daha iyi bir temas elde etmek amacıyla, piston ile örnek arasına 0,05 mm kalınlığında ince bir plastik tabaka yerleştirildi. İşlem sırasında örnek yüzeylerine universal test cihazına (Lloyd LRX, Lloyd Instruments, Fareham, UK) bağlanmış 1,6 mm çapındaki silindir şeklinde basma ucu ile ISO 6872 dental seramik standartlarına uygun olarak örnek merkezlerinden; örnekler kırılana kadar 1 mm/dk hız ile yükleme yapıldı (Resim 14). Her bir örneğin kırıldığı an gözlenen yük değeri kaydedildi.



Resim 14. Örneğin kırma cihazına yerleştirilmesi ve örneğin kırılması

Üç top üzerinde eğme testi uygulanan örnekler için eğilme dayanımı değerleri aşağıdaki denklem kullanılarak hesaplandı.

$$S = - 0,2387 P(X- Y)/d^2$$

S: maksimum gerilim stresi (MPa)

P: kırılma anındaki yük (N)

$$X = (1+ \nu) \ln(r_2/r_3)^2 + [(1-\nu)/2] (r_2/r_3)^2$$

$$Y = (1+ \nu) [1 + \ln(r_1/r_3)^2] + (1-\nu) (r_1/r_3)^2$$

ν : Poisson oranı (0.25)

r_1 : destek topların üzerinde konumlandığı dairenin yarıçapı (mm)

r_2 : piston ucunun yarıçapı (mm)

r_3 : örneğin yarıçapı (mm)

d: kırık merkezinde örneğin kalınlığı

3.10. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) Analizi

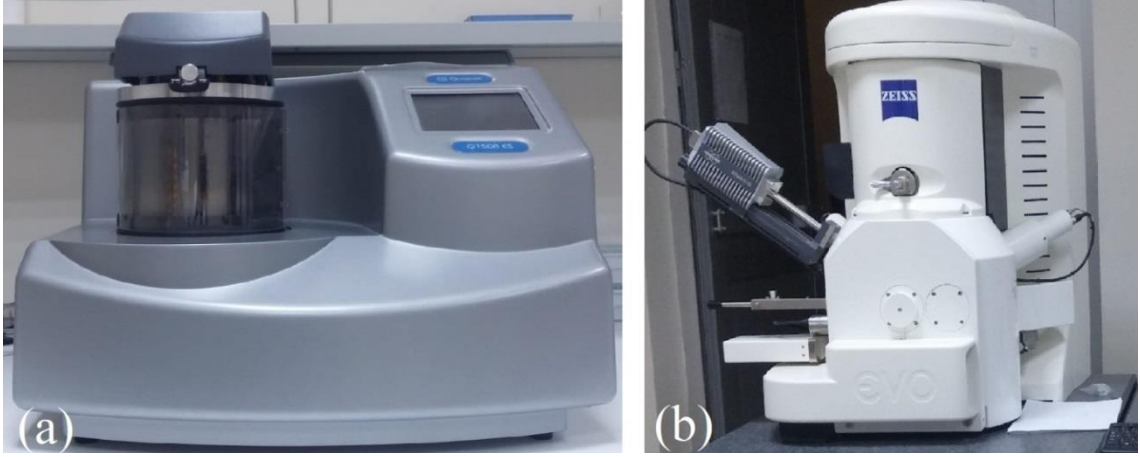
Her gruptan birer örneğin işlem yapılan yüzeylerinin ayrıntılı ve üç boyutlu incelenmesi amacıyla AFM analizi yapıldı. Örneklerin AFM’de (Veeco, Multimode 8 Nanoscope 3D, Santa Barbara, ABD) incelenmesi için 0,01- 0,025 ohm-cm silikon uç (RESP-20, Bruker) kontakt modda 1Hz tarama hızında kullanıldı (Resim 15). Dikey pozisyondaki değişimlere göre görüntünün yüksekliği belirlenip, yüksekliğin miktarına göre de açık ve koyu alanlar oluşturuldu. Sabit tarama hızıyla her bir yüzey için 25 µm x 25 µm alanda üç boyutlu dijital görüntüler elde edildi.



Resim 15. Çalışmada kullanılan atomik kuvvet mikroskobu

3.11. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

SEM analizi kullanılarak yüzey topografisini görüntülemek amacı ile her gruptan rastgele birer adet örnek seçildi. SEM analizi için seçilen 8 adet örnek altın kaplama cihazı (Sputter coater: Quorum Q150R ES, Quorum Technologies Ltd, East Grinstead, UK) kullanılarak altın ile kaplandı (Resim 16a). İşlem görmüş yüzeylerin SEM (ZEISS LS-10, İngiltere) görüntüleri 100X, 1000X, 5000X ve 10000X büyütme altında elde edildi (Resim 16b). SEM analizi ile yapay yaşlandırma işlemleri sonucunda yüzey topografisinde meydana gelen değişiklikler incelendi.



Resim 16. (a) Altın kaplama cihazı, (b) Taramalı elektron mikroskobu

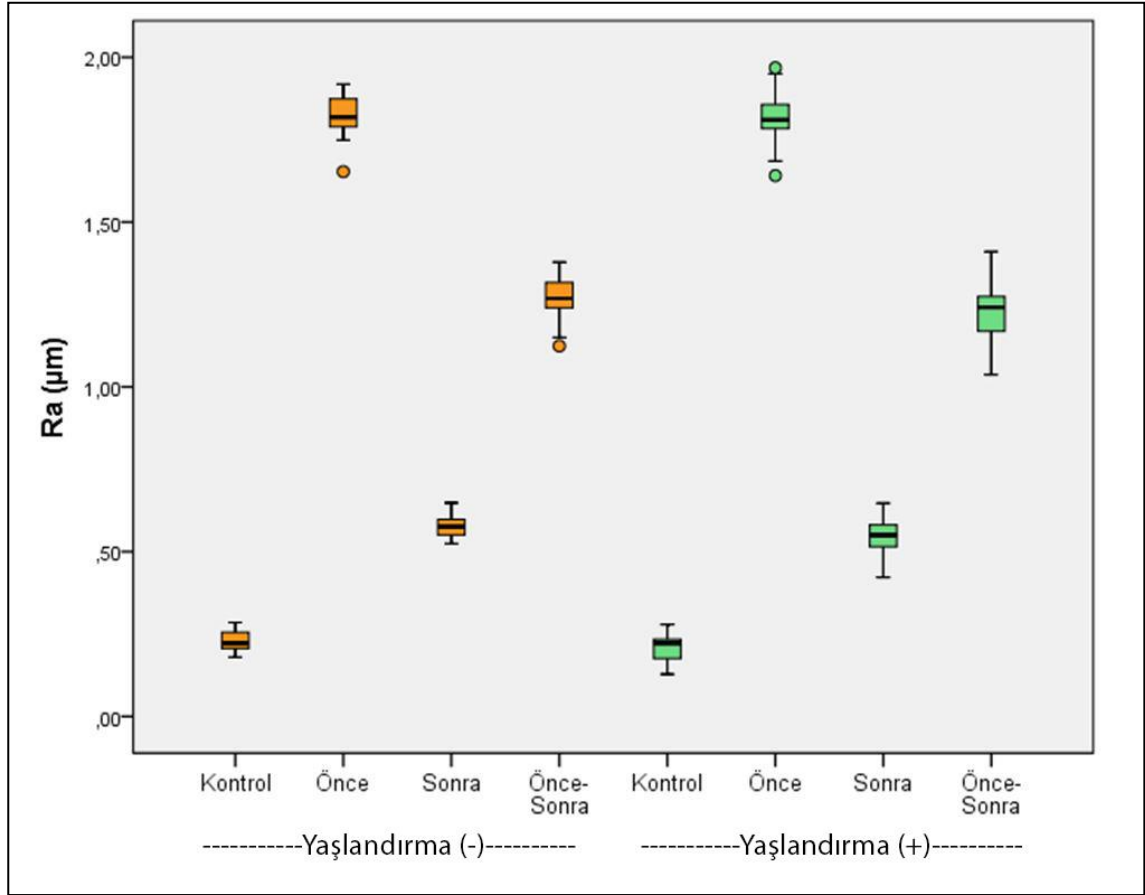
3.12. İstatistiksel Analiz

Verilerin istatistiksel değerlendirmeleri için SPSS istatistik paket programı (SPSS/PC Version 21.0; SPSS Inc., Chicago, IL, USA) kullanıldı. İstatistiksel olarak uygulanacak testlere karar vermeden önce normal dağılıma uygunluk ve varyansların homojenliği varsayımları sırasıyla Kolmogorov-Smirnov ve Levene Testi ile değerlendirildi. Değerlerin normal dağılım varsayımını sağladığı durumlarda iki yönlü ANOVA, tek yönlü ANOVA ve bunları takiben varyansların homojenliği varsayımına göre Tukey HSD veya Tamhane T2 testleri kullanıldı. Ayrıca yaşlandırmanın etkisinin değerlendirilmesinde bağımsız örneklem t testi kullanıldı. Yüzey pürüzlülüğü, faz dönüşümü ve eğilme dayanımı bağımlı değişkenleri arasındaki ilişkiyi saptayabilmek için ise Pearson korelasyon analizleri yapıldı. Tüm testler için önemlilik derecesi $\alpha=0,05$ olarak ayarlandı.

4. BULGULAR

4.1. Yüzey Pürüzlülüğü Bulguları

Yüzey pürüzlülüğü verilerine ait minimum, maksimum ve ortanca değerleri gösteren kutu grafiği şekil 9'da, tanımlayıcı istatistik verileri ise tablo 3 ve 4'de verilmiştir.



Şekil 9. Yüzey pürüzlülüğü (Ra, µm) verilerine ait kutu grafiği

Tablo 3. Yaşlandırma uygulanmamış grupların yüzey pürüzlülüğü (Ra, µm) verilerine ait tanımlayıcı istatistikler

	<i>N</i>	Minimum	Maksimum	Ortalama	Std. Sapma
Kontrol	13	0,18	0,29	0,23	0,03
Önce	13	1,65	1,92	1,82	0,07
Sonra	13	0,52	0,65	0,58	0,04
Önce ve Sonra	13	1,12	1,38	1,26	0,08

Tablo 4. Yaşlandırma uygulanmış grupların yüzey pürüzlülüğü (Ra, µm) verilerine ait tanımlayıcı istatistikler

	N	Minimum	Maksimum	Ortalama	Std. Sapma
Kontrol	13	0,13	0,28	0,21	0,04
Önce	13	1,64	1,97	1,81	0,09
Sonra	13	0,42	0,65	0,54	0,07
Önce ve Sonra	13	1,04	1,41	1,22	0,10

Yüzey pürüzlülüğü verilerinin normal dağılıma uygunluğu ve varyansların homojenliği Kolmogorov Smirnov ve Levene testleri ile değerlendirildikten sonra öncelikle kumlama-sinterleme protokolleri ve yaşlandırma prosedürü bağımsız değişkenleri arasındaki ilişkiyi saptayabilmek için 2 yönlü ANOVA testi uygulanmıştır (Tablo 5).

Tablo 5. Yüzey pürüzlülüğü verilerine uygulanan 2-Yönlü ANOVA testinin sonuçları

	Tip 3 Kareler Toplamı	SD Kareler Ortalaması	F	P
Yaşlandırma	0,019	1	0,019	3,762 0,055
Kumlama/sinterleme	39,547	3	13,182	2597,550 0,000*
Kumlama/sinterleme*Yaşlandırma	0,005	3	0,002	0,358 0,784

SD: Serbestlik derecesi; * $P < 0,001$

2-yönlü ANOVA testinin sonuçlarına göre, çalışmada uygulanan kumlama ve sinterleme protokollerinin yüzey pürüzlülüğü değerleri üzerinde önemli etkisi olduğu görülmüştür ($P < 0,001$). Diğer yandan bu protokollerin yaşlandırma ile olan etkileşimleri önemsiz bulunmuştur ($P > 0,05$). Kumlama ve sinterleme işlemlerinin etkisinin incelenebilmesi için yaşlandırma uygulanan ve uygulanmayan gruplara 1-yönlü ANOVA testleri uygulanmıştır (Tablo 6).

Tablo 6. Yüzey pürüzlülüğü verilerine uygulanan 1-yönlü ANOVA testlerinin sonuçları

		KT	SD	KO	F	P
Yaşlandırma (-)	Gruplar arası	19,558	3	6,519	1817,767	0,000*
	Gruplar içi	0,172	48	0,004		
	Total	19,730	51			
Yaşlandırma (+)	Gruplar arası	19,995	3	6,665	1015,461	0,000*
	Gruplar içi	0,315	48	0,007		
	Total	20,310	51			

KT: Kareler toplamı, SD: Serbestlik derecesi, KO: Kareler ortalaması; * $P < 0,001$

1-yönlü ANOVA testi sonuçlarına göre hem yaşlandırma uygulanan hem de uygulanmayan farklı kumlama ve sinterleme işlemi uygulanmış gruplar arasında istatistiksel önemli farklılıklar bulunmuştur ($P < 0,001$). Farkın hangi gruplardan kaynaklandığını tespit etmek için Tukey HSD çoklu karşılaştırma testleri uygulanmıştır. Yaşlandırma uygulanan

ve uygulanmayan aynı kumlama/sinterleme protokolüne sahip grupların karşılaştırılabilirliği için ise bağımsız örneklem t testleri kullanılmıştır (Tablo 7).

Tablo 7. Yüzey pürüzlülüğü verilerine ait Ortalama \pm Standart sapma (SS) değerleri, grup karşılaştırmaları ve istatistiksel sonuçlar

	Tukey HSD	Tukey HSD	Bağımsız Örneklem t testi
	Yaşlandırma (-)	Yaşlandırma (+)	
Kontrol	0,23 \pm 0,03 ^{A, a}	0,21 \pm 0,04 ^{A, a}	P=0,145
Sonra	0,58 \pm 0,04 ^{B, a}	0,54 \pm 0,07 ^{B, a}	P=0,097
Önce-Sonra	1,26 \pm 0,08 ^{C, a}	1,22 \pm 0,10 ^{C, a}	P=0,274
Önce	1,82 \pm 0,07 ^{D, a}	1,81 \pm 0,09 ^{D, a}	P=0,873
ANOVA	P<0,001	P<0,001	

*Aynı kolonda aynı büyük harflere sahip (Tukey HSD; $P>0,05$), ve aynı satırda aynı küçük harflere sahip (Bağımsız örneklem t testi; $P>0,05$) gruplar arasında istatistiksel olarak fark yoktur.

Tukey HSD testinin sonuçlarına göre hem yaşlandırma uygulanan hem de uygulanmayan grupların her biri, birbirinden önemli ölçüde farklı değerler göstermiştir. Sinterlemeden önce kumlama uygulanan gruplar en yüksek, kontrol grupları ise en düşük Ra değerlerini göstermiştir. Sinterlemeden önce ve sonra kumlama uygulanan gruplar, sadece sinterlemeden sonra kumlama uygulanan gruplara göre daha yüksek Ra değerleri sergilemiştir. ($P<0,05$). Ayrıca, her bir protokol için ayrı ayrı incelendiğinde yaşlandırmanın yüzey pürüzlülüğü üzerinde önemli bir etki oluşturmadığı görülmüştür (bağımsız örneklem t testi; $P>0,05$).

Yapılan 2-yönlü ANOVA ve bağımsız örneklem t testlerinin sonuçlarına bakıldığında yaşlandırmanın kumlama ve sinterleme protokolleri ile kombine uygulanmasının yüzey pürüzlülüğü üzerinde önemli etki yaratmadığı görülmüştür. Kumlama ve sinterleme işlemlerinin etkisini yaşlandırma işlemi gözetilmeden karşılaştırmak için 4 farklı altgruba (n=26) 1-yönlü ANOVA testi uygulanmıştır (Tablo 8).

Tablo 8. Yaşlandırmadan bağımsız olarak yüzey pürüzlülüğü verilerine uygulanan 1-yönlü ANOVA testinin sonuçları ve grup karşılaştırmaları

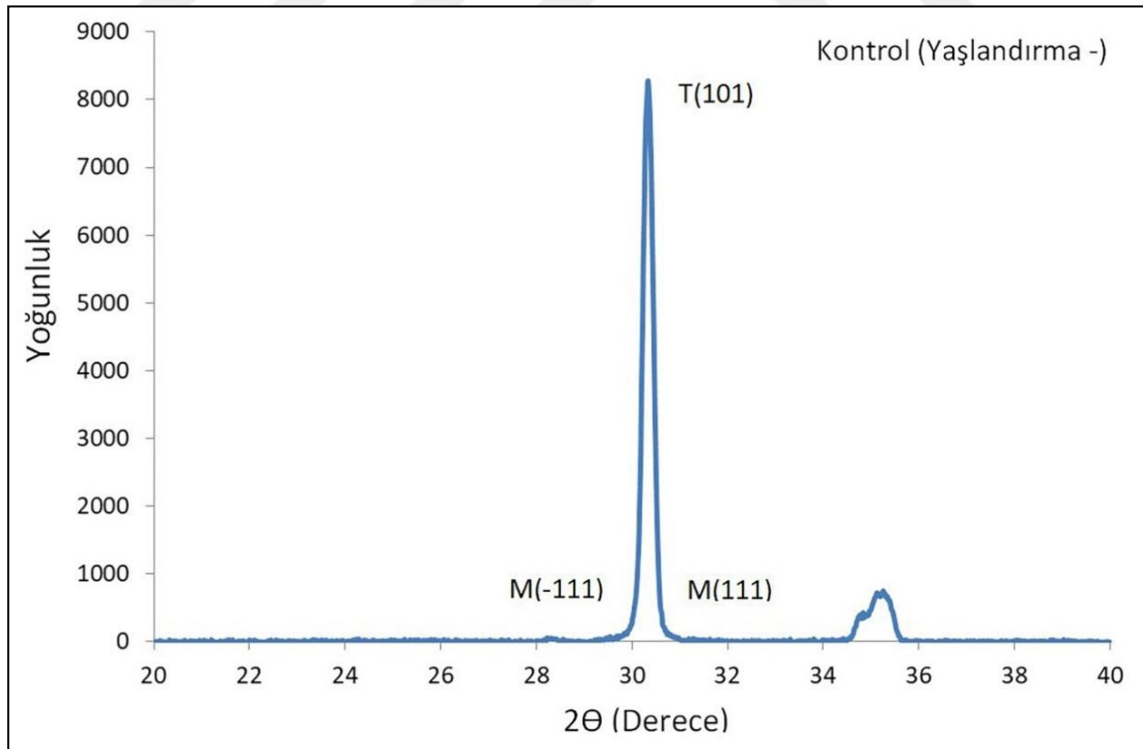
	N	Ort ± SS	ANOVA	
			F	P
Kontrol	26	0,22 ± 0,04 ^A	2576,058	0,000*
Sonra	26	0,56 ± 0,06 ^B		
Önce-sonra	26	1,24 ± 0,09 ^C		
Önce	26	1,82 ± 0,08 ^D		

*Aynı kolondaki farklı harfler istatistiksel olarak önemli farklılıkları göstermektedir (P<0.05).

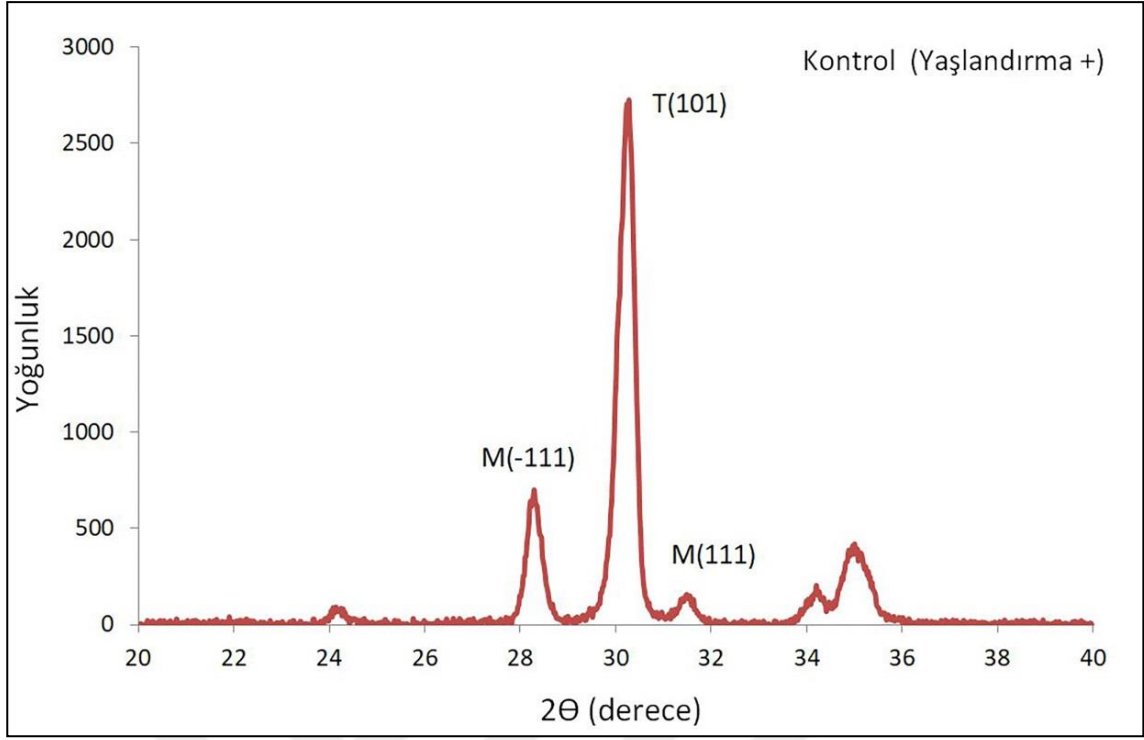
Yaşlandırma işlemi gözetilmeden 4 altgruba uygulanan 1-yönlü ANOVA testi gruplar arasında önemli farklılıklar olduğunu göstermiştir. Çoklu karşılaştırma testine göre çalışma gruplarının her biri birbirinden önemli derecede farklı bulunmuştur. Sinterleme öncesi uygulanan kumlama işlemleri Ra değerlerini önemli ölçüde yükseltmiştir (P<0,05).

4.2. Faz Dönüşümü Bulguları

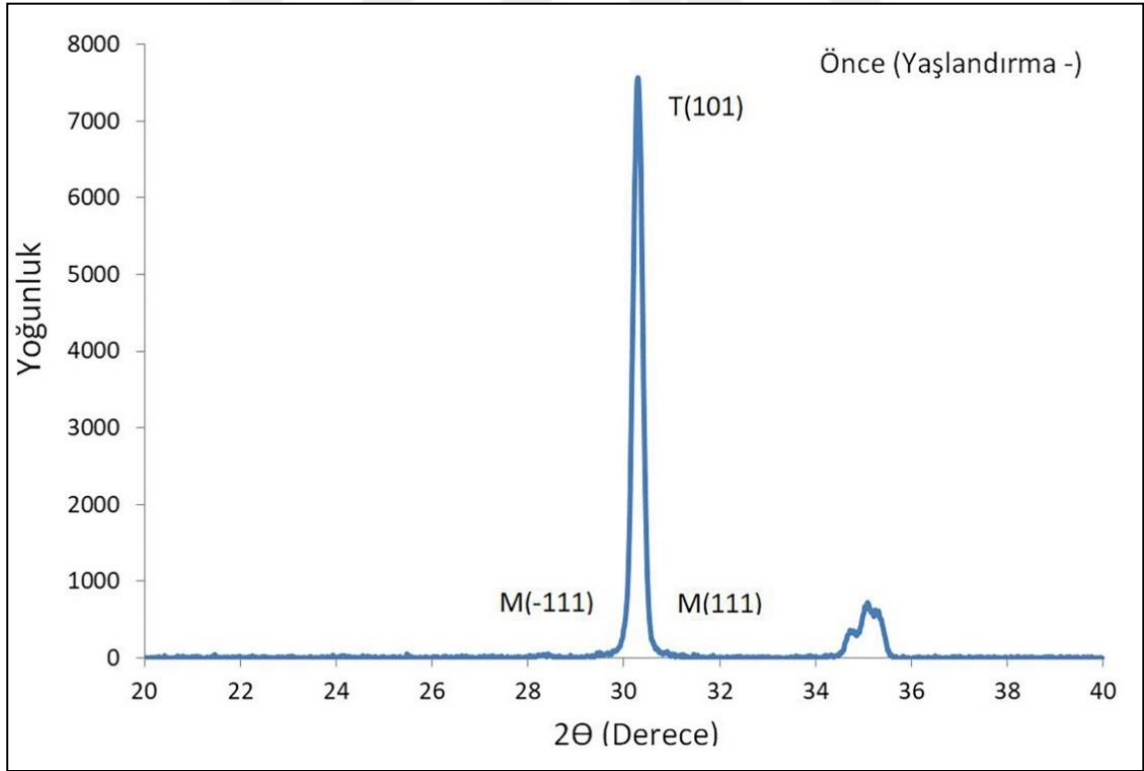
X-ışını kırınımı (XRD) analizi sonucunda elde edilen grafikler şekil 10-17'de gösterilmiştir.



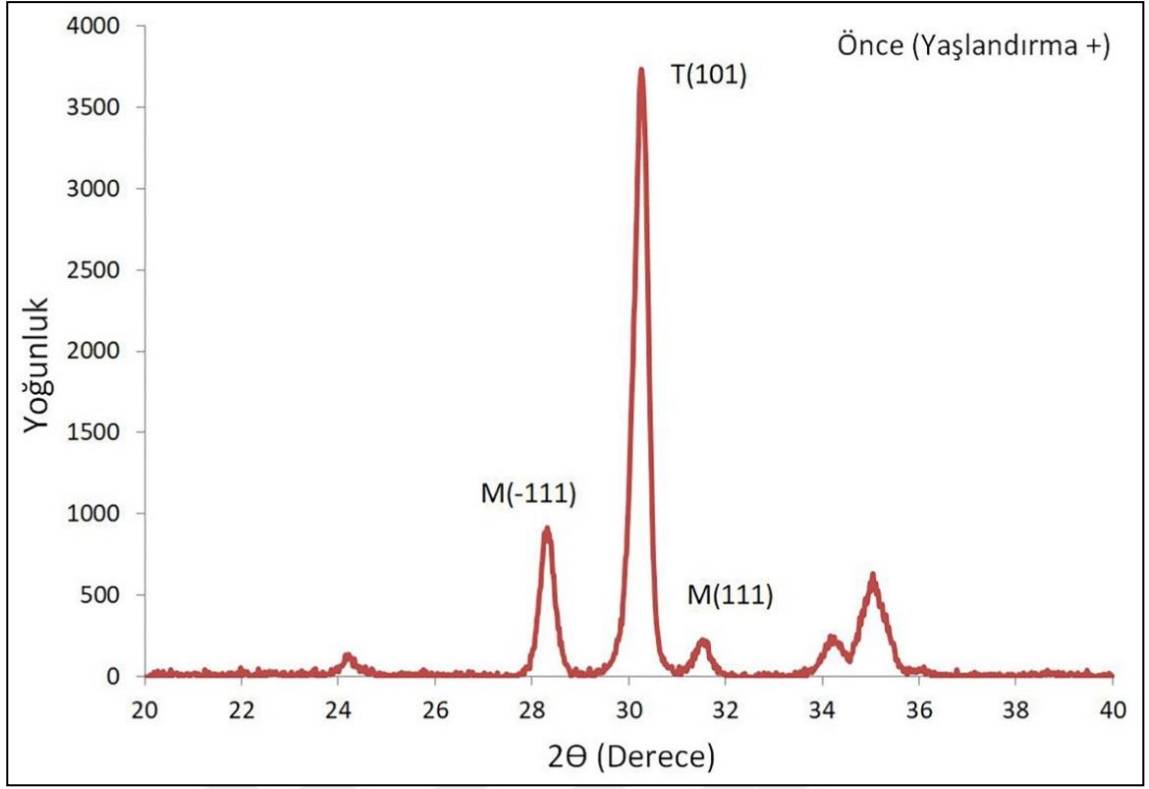
Şekil 10. Yaşlandırılmamış kontrol grubuna ait bir örneğin XRD grafiği



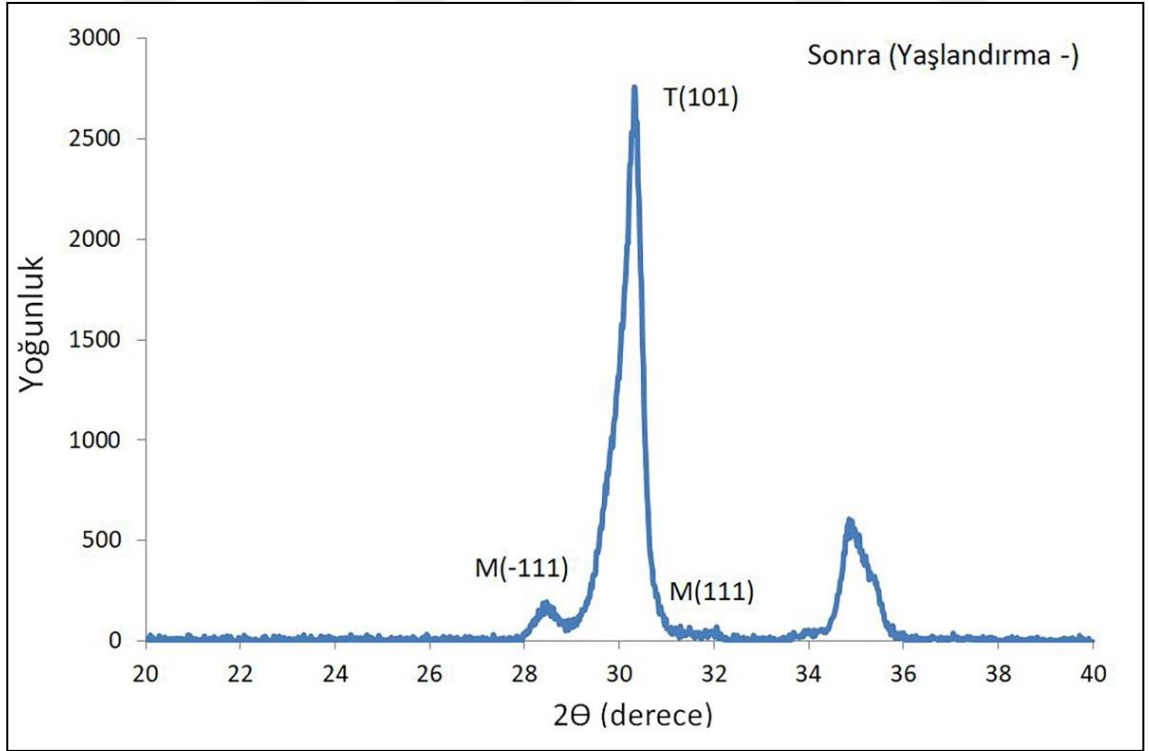
Şekil 11. Yaşlandırılmış kontrol grubuna ait bir örneğin XRD grafiği



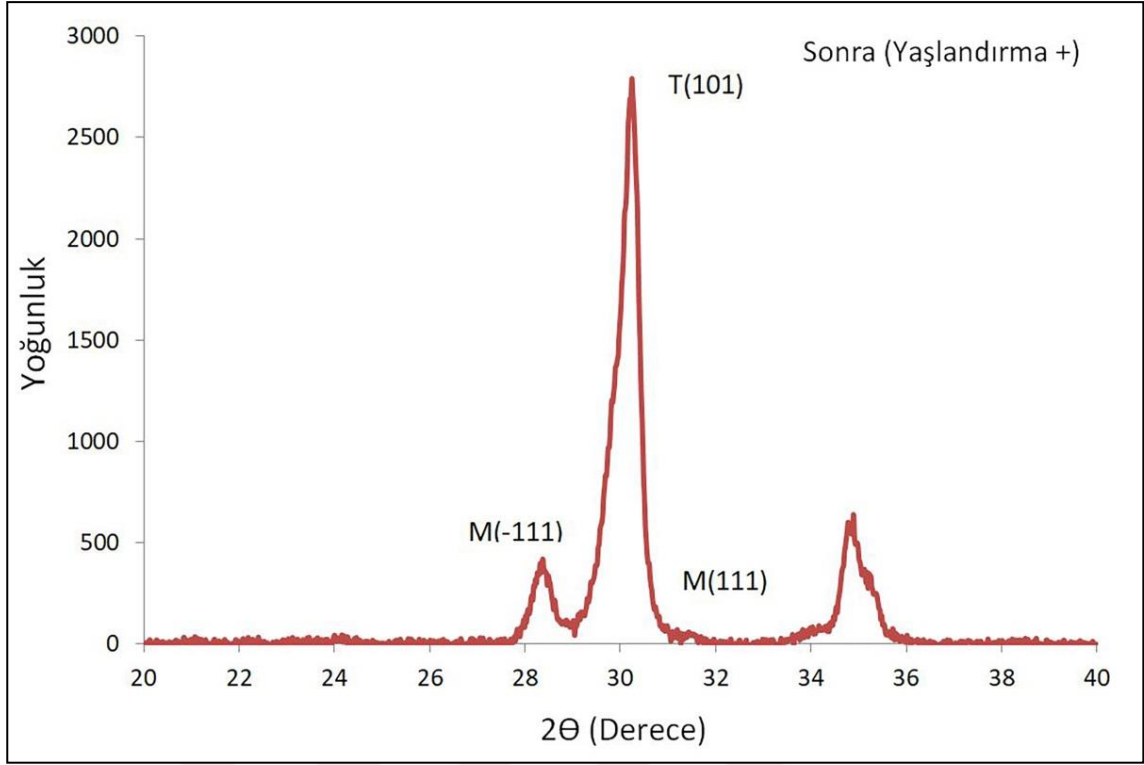
Şekil 12. Sinterleme öncesi kuşlama uygulanan yaşlandırılmamış gruba ait bir örneğin XRD grafiği



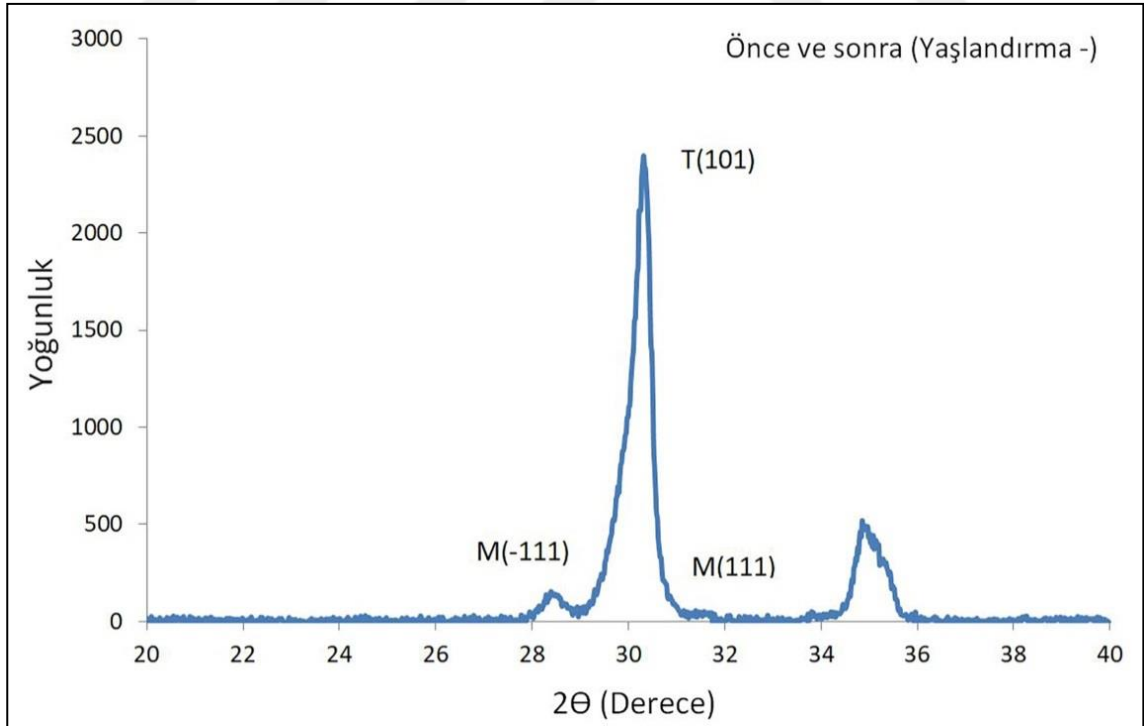
Şekil 13. Sinterleme öncesi kumlama uygulanan yaşlandırılmış gruba ait bir örneğin XRD grafiği



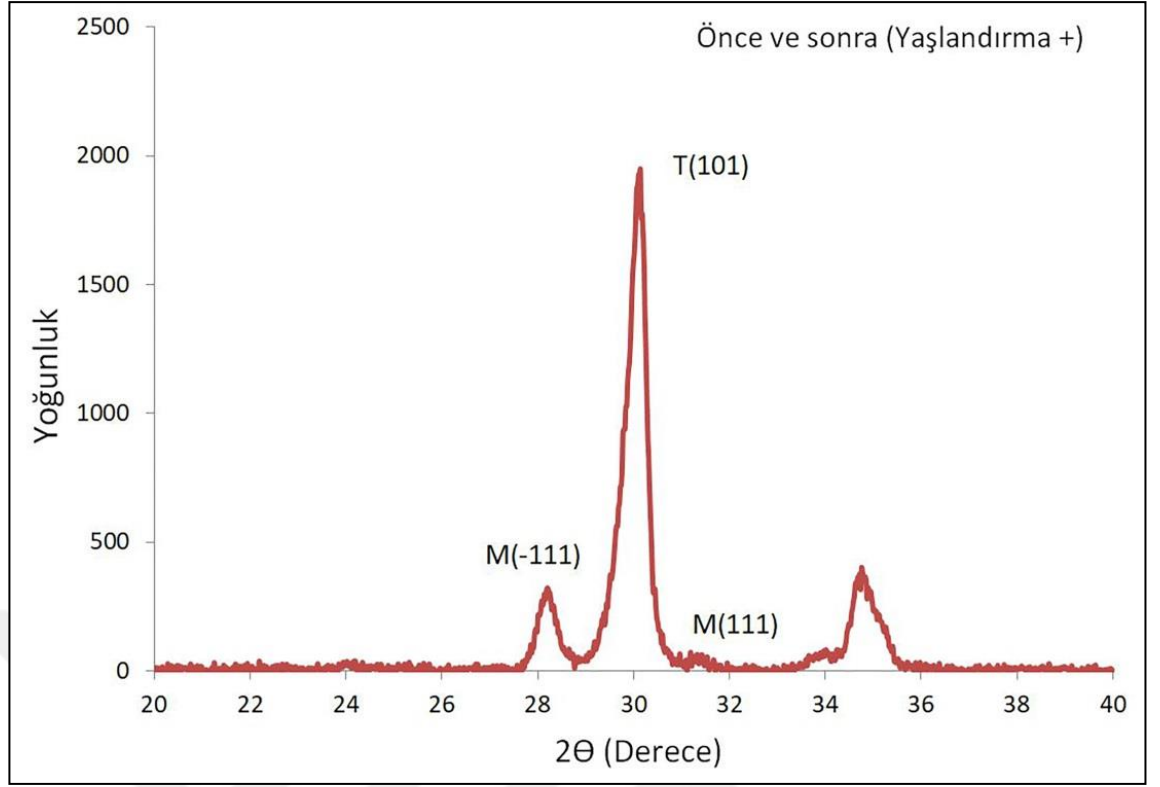
Şekil 14. Sinterleme sonrası kumlama uygulanan yaşlandırılmamış gruba ait bir örneğin XRD grafiği



Şekil 15. Sinterleme sonrası kumlama uygulanan yaşlandırılmış gruba ait bir örneğin XRD grafiği



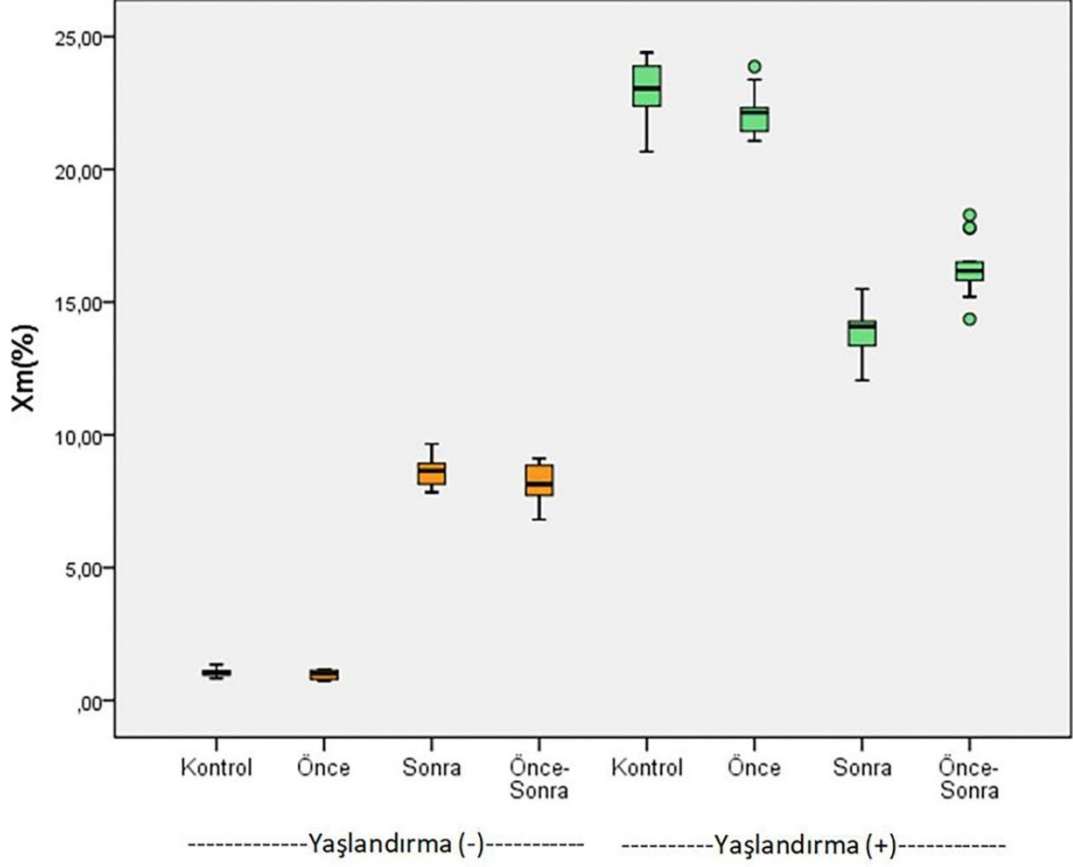
Şekil 16. Sinterleme öncesi ve sonrası kumlama uygulanmış yaşlandırılmamış gruba ait bir örneğin XRD grafiği



Şekil 17. Sinterleme öncesi ve sonrası kumlama uygulanmış yaşlandırılmış gruba ait bir örneğin XRD grafiği

4.2.1. Göreceli Monoklinik Faz Oranı (X_m , %) Bulguları

XRD analizi sonrasında elde edilen piklere göre hesaplanan göreceli monoklinik faz oranı (X_m , %) verilerine ait kutu grafiği şekil 18’de, X_m değerlerine ait tanımlayıcı istatistikler tablo 9 ve 10’da verilmiştir.



Şekil 18. Göreceli monoklinik faz oranına (X_m , %) ait kutu grafiği

Tablo 9. Yaşlandırma uygulanmamış grupların göreceli monoklinik faz oranı (X_m , %) verilerine ait tanımlayıcı istatistikler

	N	Minimum	Maksimum	Ortalama	Std. Sapma
Kontrol	13	0,83	1,35	1,05	0,15
Önce	13	0,74	1,18	0,97	0,17
Sonra	13	7,84	9,66	8,61	0,50
Önce ve Sonra	13	6,81	9,11	8,15	0,77

Tablo 10. Yaşlandırma uygulanmış grupların göreceli monoklinik faz oranı (X_m , %) verilerine ait tanımlayıcı istatistikler

	N	Minimum	Maksimum	Ortalama	Std. Sapma
Kontrol	13	20,67	24,40	23,10	1,05
Önce	13	21,07	23,87	22,09	0,84
Sonra	13	12,05	15,50	13,79	1,12
Önce ve Sonra	13	14,36	18,28	16,33	1,09

Monoklinik faz oranı verilerinin normal dağılıma uygunluğu ve varyansların homojenliği Kolmogorov Smirnov ve Levene testleri ile değerlendirilmiştir. Kumlama-sinterleme protokolleri ve yaşlandırma prosedürü bağımsız değişkenlerinin X_m değerleri

üzerindeki etkisini ve iki değişken arasındaki etkileşimi saptayabilmek için 2-yönlü ANOVA testi yapılmıştır (Tablo 11).

Tablo 11. Göreceli monoklinik faz oranı (X_m) verilerine uygulanan 2-yönlü ANOVA testinin sonuçları

	Tip 3 Kareler Toplamı	SD	Kareler Ortalaması	F	P
Kumlama/sinterleme	18,079	3	6,026	9,421	0,000*
Yaşlandırma	5195,461	1	5195,461	8122,306	0,000*
Kumlama/sinterleme*Yaşlandırma	1475,646	3	491,882	768,982	0,000*

SD: Serbestlik derecesi; * $P < 0,001$

2-yönlü ANOVA testinin sonuçlarına göre çalışmada uygulanan kumlama ve sinterleme protokollerinin, yapay yaşlandırmanın ve her iki değişkenin ortak etkisinin göreceli monoklinik faz oranı üzerinde önemli etkisi olduğu görülmüştür ($P < 0,001$). Kumlama ve sinterleme işlemlerinin etkisinin incelenebilmesi için yaşlandırma uygulanan ve uygulanmayan gruplara 1-yönlü ANOVA testleri uygulanmıştır (Tablo 12).

Tablo 12. Göreceli monoklinik faz oranı (X_m) verilerine uygulanan 1-yönlü ANOVA testlerinin sonuçları

		KT	SD	KO	F	P
Yaşlandırma (-)	Gruplar arası	707,506	3	235,835	1069,051	0,000*
	Gruplar içi	10,589	48	0,221		
	Total	718,095	51			
Yaşlandırma (+)	Gruplar arası	786,219	3	262,073	247,541	0,000*
	Gruplar içi	50,818	48	1,059		
	Total	837,036	51			

KT: Kareler toplamı, SD: Serbestlik derecesi, KO: Kareler ortalaması; * $P < 0,001$

1-yönlü ANOVA testlerinin sonuçlarına bakıldığında hem yaşlandırılan hem de yaşlandırılmayan farklı kumlama ve sinterleme işlemi uygulanmış gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılıklar bulunmuştur ($P < 0,001$). Farkın hangi gruplardan kaynaklandığını belirleyebilmek için varyansların homojenliğinin sağlanmadığı yaşlandırma (-) gruplarında Tamhane T2, varyansların homojenliği varsayımının sağlandığı yaşlandırma (+) gruplarında ise Tukey HSD testi uygulanmıştır. Yaşlandırma uygulanan ve uygulanmayan aynı kumlama/sinterleme protokolüne sahip grupların karşılaştırılabilmesi için ise bağımsız örneklem t testleri kullanılmıştır (Tablo 13).

Tablo 13. Göreceli monoklinik faz oranı (X_m) verilerine ait Ortalama \pm Standart sapma (SS) değerleri, grup karşılaştırmaları ve istatistiksel sonuçlar

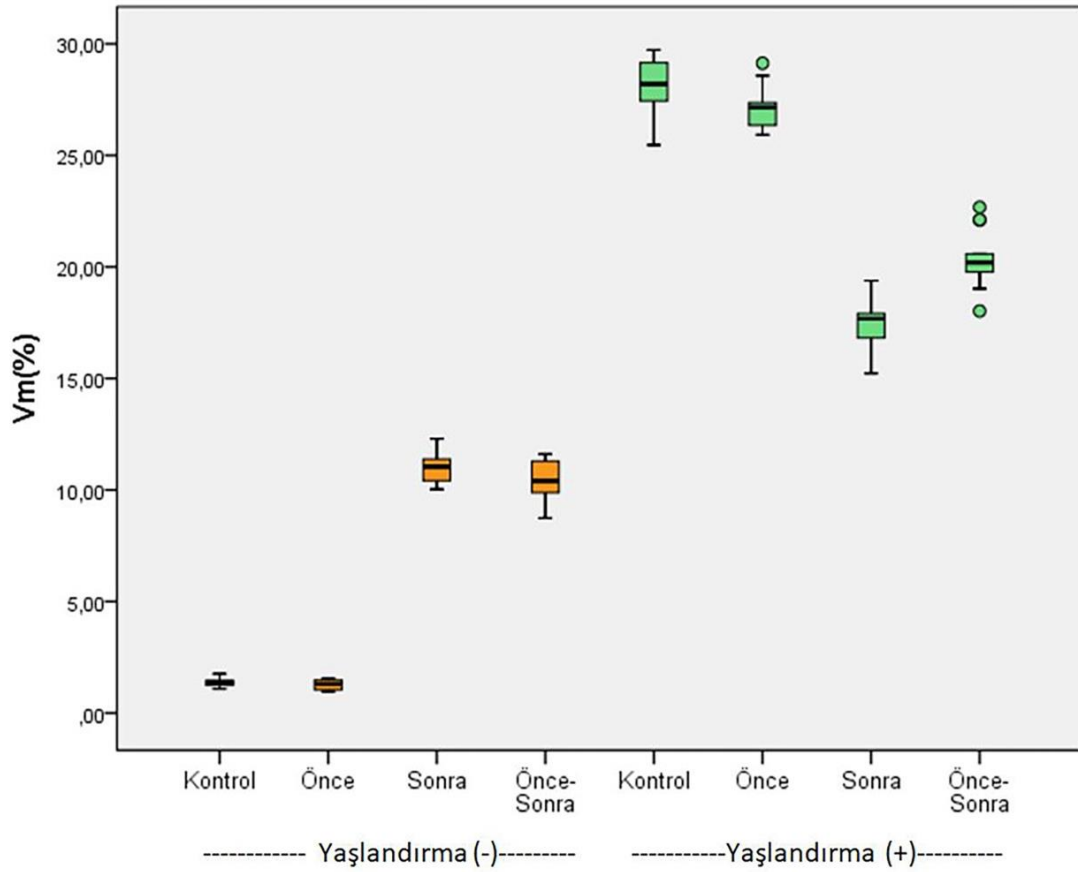
	Tamhane T2	Tukey HSD	Bağımsız örneklem t testi
Önce	Yaşlandırma (-) 0,97 \pm 0,17 ^{A, a}	Yaşlandırma (+) 22,09 \pm 0,84 ^{A, b}	$P < 0,001$
Kontrol	1,05 \pm 0,15 ^{A, a}	23,10 \pm 1,05 ^{A, b}	$P < 0,001$
Önce-Sonra	8,15 \pm 0,77 ^{B, a}	16,33 \pm 1,09 ^{B, b}	$P < 0,001$
Sonra	8,61 \pm 0,50 ^{B, a}	13,79 \pm 1,12 ^{C, b}	$P < 0,001$
ANOVA	$P < 0,001$	$P < 0,001$	

*Aynı kolonda aynı büyük harflere sahip (Tukey HSD, Tamhane T2; $P > 0,05$), ve aynı satırda aynı küçük harflere sahip (Bağımsız örneklem t testi; $P > 0,05$) gruplar arasında istatistiksel olarak fark yoktur.

Yaşlandırma uygulanmayan gruplar arasında, sinterleme öncesi kumlama ve kontrol grubundaki X_m değerleri diğer gruplara göre önemli ölçüde düşük bulunmuştur. Yaşlandırma uygulanan gruplar arasında ise sinterleme öncesi kumlama ve kontrol grupları en yüksek X_m değerlerini göstermiştir ($P < 0,05$). Ayrıca herbir sinterleme-kumlama protokolü grubu için yaşlandırma X_m değerlerini önemli ölçüde yükseltmiştir ($P < 0,001$).

4.2.2. Monoklinik Hacim İçeriği (V_m , %) Bulguları

Hesaplanan monoklinik hacim içeriği verilerine ait kutu grafiği şekil 19'da, V_m değerlerine ait tanımlayıcı istatistikler tablo 14 ve 15'de verilmiştir.



Şekil 19. Monoklinik hacim içeriğine (Vm, %) ait kutu grafiği

Tablo 14. Yaşlandırma uygulanmamış grupların monoklinik hacim içeriği (Vm, %) verilerine ait tanımlayıcı istatistikler

	N	Minimum	Maksimum	Ortalama	Std. Sapma
Kontrol	13	1,09	1,76	1,37	0,20
Önce	13	0,97	1,54	1,27	0,22
Sonra	13	10,03	12,29	10,99	0,62
Önce ve Sonra	13	8,74	11,61	10,42	0,96

Tablo 15. Yaşlandırma uygulanmış grupların monoklinik hacim içeriği (Vm, %) verilerine ait tanımlayıcı istatistikler

	N	Minimum	Maksimum	Ortalama	Std. Sapma
Kontrol	13	25,46	29,73	28,25	1,20
Önce	13	25,92	29,13	27,10	0,96
Sonra	13	15,23	19,39	17,34	1,35
Önce ve Sonra	13	18,02	22,68	20,37	1,29

Monoklinik hacim içeriği verilerinin normal dağılıma uygunluğu ve varyansların homojenliği Kolmogorov Smirnov ve Levene testleri ile değerlendirilmiştir. Kuşlama-sinterleme protokolleri ve yaşlandırma prosedürü bağımsız değişkenlerinin Vm değerleri

üzerindeki etkisini ve iki değişken arasındaki etkileşimi saptayabilmek için 2 yönlü ANOVA testi uygulanmıştır (Tablo 16).

Tablo 16. Monoklinik hacim içeriği (Vm) verilerine uygulanan 2-Yönlü ANOVA testinin sonuçları

	Tip 3 Kareler Toplamı	SD	Kareler Ortalaması	F	P
Kumlama/sinterleme	26,950	3	8,983	9,948	0,000*
Yaşlandırma	7739,952	1	7739,952	8571,515	0,000*
Kumlama/sinterleme*Yaşlandırma	2200,472	3	733,491	812,295	0,000*

SD: Serbestlik derecesi; * $P < 0,001$

2-yönlü ANOVA testinin sonuçlarına göre çalışmada uygulanan kumlama ve sinterleme protokollerinin, yapay yaşlandırmanın ve her iki değişkenin ortak etkisinin monoklinik hacim içeriği değerleri üzerinde önemli etkisi olduğu görülmüştür ($P < 0,001$). Kumlama ve sinterleme işlemlerinin etkisinin incelenmesi için yaşlandırma uygulanan ve uygulanmayan gruplara 1-yönlü ANOVA testleri uygulanmıştır (Tablo 17).

Tablo 17. Monoklinik hacim içeriği (Vm) verilerine uygulanan 1-yönlü ANOVA testlerinin sonuçları

		KT	SD	KO	F	P
Yaşlandırma (-)	Gruplar arası	1147,366	3	382,455	1110,355	0,000*
	Gruplar içi	16,533	48	0,344		
	Total	1163,899	51			
Yaşlandırma (+)	Gruplar arası	1080,056	3	360,019	246,331	0,000*
	Gruplar içi	70,153	48	1,462		
	Total	1150,209	51			

KT: Kareler toplamı, SD: Serbestlik derecesi, KO: Kareler ortalaması; * $P < 0,001$

1-yönlü ANOVA testlerinin sonuçlarına göre hem yaşlandırılan hem de yaşlandırılmayan farklı kumlama ve sinterleme işlemi uygulanmış gruplar arasında istatistiksel önemli farklılıklar bulunmuştur ($P < 0,001$). Farkın hangi gruplardan kaynaklandığını tespit etmek için varyansların homojenliğinin sağlanmadığı yaşlandırma (-) gruplarında Tamhane T2, varyansların homojenliği varsayımının sağlandığı yaşlandırma (+) gruplarında ise Tukey HSD testi uygulanmıştır. Yaşlandırma uygulanan ve uygulanmayan aynı kumlama/sinterleme protokolüne sahip grupların karşılaştırılabilmesi için ise bağımsız örneklem t testleri kullanılmıştır (Tablo 18).

Tablo 18. Monoklinik hacim içeriđi (Vm) verilerine ait Ortalama \pm Standart sapma (SS) deđerleri, grup karřılařtırmaları ve istatistiksel sonular

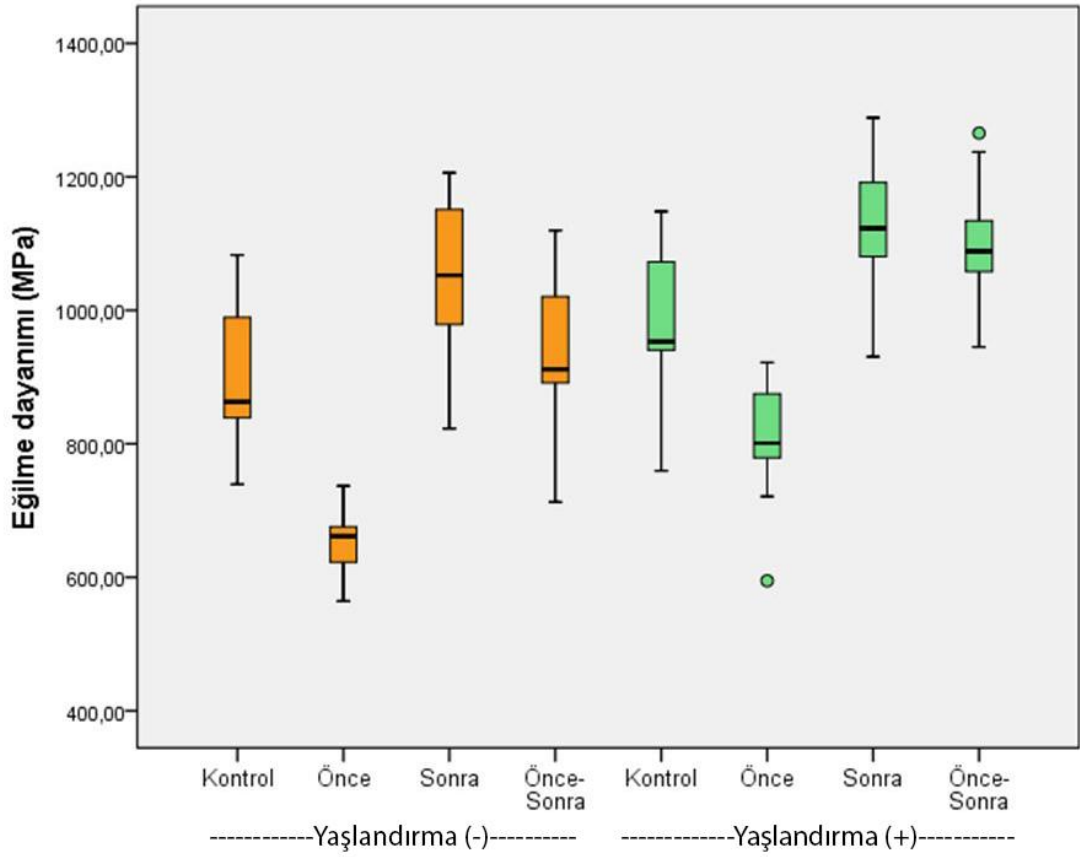
	Tamhane T2	Tukey HSD	Bađımsız rneklem t testi
nce	Yařlandırma (-) 1,27 \pm 0,22 ^{A, a}	Yařlandırma (+) 27,10 \pm 0,96 ^{A, b}	$P < 0,001$
Kontrol	1,37 \pm 0,20 ^{A, a}	28,25 \pm 1,20 ^{A, b}	$P < 0,001$
nce-Sonra	10,42 \pm 0,96 ^{B, a}	20,37 \pm 1,29 ^{B, b}	$P < 0,001$
Sonra	10,99 \pm 0,62 ^{B, a}	17,34 \pm 1,35 ^{C, b}	$P < 0,001$
ANOVA	$P < 0,001$	$P < 0,001$	

*Aynı kolonda aynı byk harflere sahip (Tukey HSD, Tamhane T2; $P > 0,05$), ve aynı satırda aynı kk harflere sahip (Bađımsız rneklem t testi; $P > 0,05$) gruplar arasında istatistiksel olarak fark yoktur.

oklu karřılařtırma testlerine gre yařlandırma uygulanmayan gruplarda, sinterleme ncesi kumlama ve kontrol grubundaki Vm deđerleri diđer gruplara gre nemli lde dřk bulunmuřtur. Yařlandırma uygulanan gruplarda ise sinterleme ncesi kumlama ve kontrol grupları en yksek Vm deđerlerini gstermiřtir ($P < 0,05$). Ayrıca btn sinterleme-kumlama protokol grupları iin yařlandırma Vm deđerlerini nemli lde ykseltmiřtir ($P < 0,001$).

4.3. Eđilme Dayanımı Bulguları

Eđilme dayanımı verilerine ait kutu grafiđi řekil 20'de, tanımlayıcı istatistikler ise tablo 19 ve 20'de verilmiřtir.



Şekil 20. Eğilme dayanımı verilerine (MPa) ait kutu grafiği

Tablo 19. Yaşlandırma uygulanmamış grupların eğilme dayanımı (MPa) verilerine ait tanımlayıcı istatistikler

	N	Minimum	Maksimum	Ortalama	Std. Sapma
Kontrol	13	739,26	1082,84	904,23	108,12
Önce	13	564,44	737,06	651,18	48,99
Sonra	13	822,92	1206,15	1043,37	116,01
Önce ve Sonra	13	712,71	1119,78	938,36	116,10

Tablo 20. Yaşlandırma uygulanmış grupların eğilme dayanımı (MPa) verilerine ait tanımlayıcı istatistikler

	N	Minimum	Maksimum	Ortalama	Std. Sapma
Kontrol	13	759,46	1148,09	994,17	116,83
Önce	13	594,76	921,82	809,67	88,16
Sonra	13	930,61	1288,46	1125,14	99,34
Önce ve Sonra	13	944,92	1265,55	1101,88	94,46

Eğilme dayanımı verilerinin normal dağılıma uygunluğu ve varyansların homojenliği Kolmogorov Smirnov ve Levene testleri ile değerlendirilmiştir. Kuşlama-sinterleme protokolleri ve yaşlandırma prosedürü bağımsız değişkenlerinin eğilme dayanımı değerleri

üzerindeki etkisini ve aynı zamanda iki değişkenin ortak etkisini değerlendirebilmek için 2-yönlü ANOVA testi uygulanmıştır (Tablo 21).

Tablo 21. Eğilme dayanımı verilerine uygulanan 2-Yönlü ANOVA testinin sonuçları

	Tip 3 Kareler Toplamı	SD	Kareler Ortalaması	F	P
Kumlama/sinterleme	1848365,501	3	616121,834	60,673	0,000*
Yaşlandırma	396109,853	1	396109,853	39,007	0,000*
Kumlama/sinterleme*Yaşlandırma	37011,531	3	12337,177	1,215	0,309

SD: Serbestlik derecesi; * $P < 0,001$

2-yönlü ANOVA testinin sonuçlarına göre çalışmada uygulanan kumlama ve sinterleme protokollerinin ve yapay yaşlandırmanın eğilme dayanımı değerleri üzerinde önemli etkisi olduğu görülürken ($P < 0,001$), iki değişkenin ortak etkisi önemsiz bulunmuştur ($P > 0,05$). Kumlama ve sinterleme işlemlerinin etkisinin yaşlandırma uygulanan ve uygulanmayan gruplarda incelenebilmesi için 1-yönlü ANOVA testleri uygulanmıştır (Tablo 22).

Tablo 22. Eğilme dayanımı verilerine uygulanan 1-yönlü ANOVA testlerinin sonuçları

		KT	SD	KO	F	P
Yaşlandırma (-)	Gruplar arası	1078590,828	3	359530,276	35,053	0,000*
	Gruplar içi	492330,864	48	10256,893		
	Total	1570921,692	51			
Yaşlandırma (+)	Gruplar arası	806786,203	3	268928,734	26,751	0,000*
	Gruplar içi	482536,753	48	10052,849		
	Total	1289322,956	51			

KT: Kareler toplamı, SD: Serbestlik derecesi, KO: Kareler ortalaması; * $P < 0,001$

1-yönlü ANOVA testlerinin sonuçlarına göre hem yaşlandırılan hem de yaşlandırılmayan farklı kumlama ve sinterleme işlemi uygulanmış gruplar arasında istatistiksel önemli farklılıklar bulunmuştur ($P < 0,001$). Gruplar arasındaki farklılıkları tespit etmek için varyansların homojenliğinin sağlanmadığı yaşlandırma (-) gruplarında Tamhane T2, varyansların homojenliği varsayımının sağlandığı yaşlandırma (+) gruplarında ise Tukey HSD çoklu karşılaştırma testleri uygulanmıştır. Yaşlandırma uygulanan ve uygulanmayan aynı kumlama/sinterleme protokolüne sahip grupların karşılaştırılabilmesi için ise bağımsız örneklem t testleri kullanılmıştır (Tablo 23).

Tablo 23. Eğilme dayanımı verilerine ait Ortalama \pm Standart sapma (SS) değerleri, grup karşılaştırmaları ve istatistiksel sonuçlar

	Tamhane T2	Tukey HSD	Bağımsız Örneklem t testi
	Yaşlandırma (-)	Yaşlandırma (+)	
Önce	651,18 \pm 48,99 ^{A, a}	809,67 \pm 88,16 ^{A, b}	$P < 0,001$
Kontrol	904,23 \pm 108,12 ^{B, a}	994,17 \pm 116,83 ^{B, a}	$P = 0,053$
Önce-Sonra	938,36 \pm 116,10 ^{BC, a}	1101,88 \pm 94,46 ^{C, b}	$P = 0,001$
Sonra	1043,37 \pm 116,01 ^{C, a}	1125,14 \pm 99,34 ^{C, a}	$P = 0,065$
ANOVA	$P < 0,001$	$P < 0,001$	

*Aynı kolonda aynı büyük harflere sahip (Tukey HSD, Tamhane T2; $P > 0,05$), ve aynı satırda aynı küçük harflere sahip (Bağımsız örneklem t testi; $P > 0,05$) gruplar arasında istatistiksel olarak fark yoktur.

Gruplar arasında yapılan çoklu karşılaştırma testlerine göre hem yaşlandırılan hem de yaşlandırılmayan gruplar için, sinterleme işlemi sonrasında kumlama uygulanan gruplar kontrol gruplarına göre önemli derecede fazla eğilme dayanımı değerleri göstermiştir. Yalnızca sinterleme işlemi öncesinde yapılan kumlama protokolü, dayanım değerlerini önemli ölçüde azaltmıştır ($P < 0,05$). Hem sinterleme öncesi hem de sinterleme sonrası yapılan kumlama işlemi ile sadece sinterleme sonrası uygun kumlama işlemi karşılaştırıldığında istatistiksel olarak önemli bir fark bulunmamıştır ($P > 0,05$). Yaşlandırma uygulamasının sinterleme öncesi kumlanan tüm gruplarda, eğilme dayanımı değerlerini önemli ölçüde arttırdığı ($P < 0,05$), kontrol ve yalnızca sinterleme sonrası kumlama gruplarında ise yaşlandırmaya bağlı meydana gelen farkın istatistiksel olarak önemli olmadığı bulunmuştur ($P > 0,05$).

Farklı kumlama ve sinterleme protokollerinin etkisini yaşlandırma işleminden bağımsız olarak değerlendirebilmek için 1-yönlü ANOVA testi uygulanmıştır (Tablo 24).

Tablo 24. Yaşlandırmadan bağımsız olarak eğilme dayanımı verilerine uygulanan 1-yönlü ANOVA testinin sonuçları ve grup karşılaştırmaları

	N	Ort \pm SS	ANOVA	
			F	P
Önce	26	730,43 \pm 106,84 ^A	43,759	0,000*
Kontrol	26	949,20 \pm 119,44 ^B		
Önce-sonra	26	1020,12 \pm 133,06 ^{BC}		
Sonra	26	1084,26 \pm 113,73 ^C		

*Aynı kolonda aynı harflere sahip gruplar arasında istatistiksel olarak fark yoktur (Tukey HSD, $P > 0,05$).

Yaşlandırma işlemi gözetilmeden 4 gruba uygulanan 1-yönlü ANOVA testi gruplar arasında önemli farklılıklar olduğunu göstermiştir. Sadece sinterleme öncesi uygulanan kumlama işleminin eğilme dayanımı değerlerini önemli ölçüde düşürdüğü görülmüştür

($P < 0,05$). Sinterlemeden sonra yapılan kumlama işlemi ile elde edilen eğilme dayanımı değerleri ise kontrol grubuna göre önemli derecede yüksek bulunmuştur ($P > 0,05$).

4.4. Yüzey Pürüzlülüğü, Faz Dönüşümü ve Eğilme Dayanımı Değerleri Arasındaki İlişkinin Değerlendirilmesi

İncelenen parametreler arasındaki ilişkinin değerlendirilebilmesi için uygulanan Pearson korelasyon analizinin sonuçları tablo 25' te verilmiştir.

Tablo 25. Pearson korelasyon analizi sonuçları

		Yüzey pürüzlülüğü (Ra)		Monoklinik faz (Vm)	
Yaşlandırma (-)	Eğilme dayanımı	$r = -0,606$	$P = 0,000^{**}$	$r = 0,618$	$P = 0,000^{**}$
	Vm	$r = -0,104$	$P = 0,461$		
Yaşlandırma (+)	Eğilme dayanımı	$r = -0,474$	$P = 0,000^{**}$	$r = -0,601$	$P = 0,000^{**}$
	Vm	$r = 0,111$	$P = 0,432$		
Toplam	Eğilme dayanımı	$r = -0,515$	$P = 0,000^{**}$	$r = 0,324$	$P = 0,001^{**}$
	Vm	$r = -0,017$	$P = 0,862$		

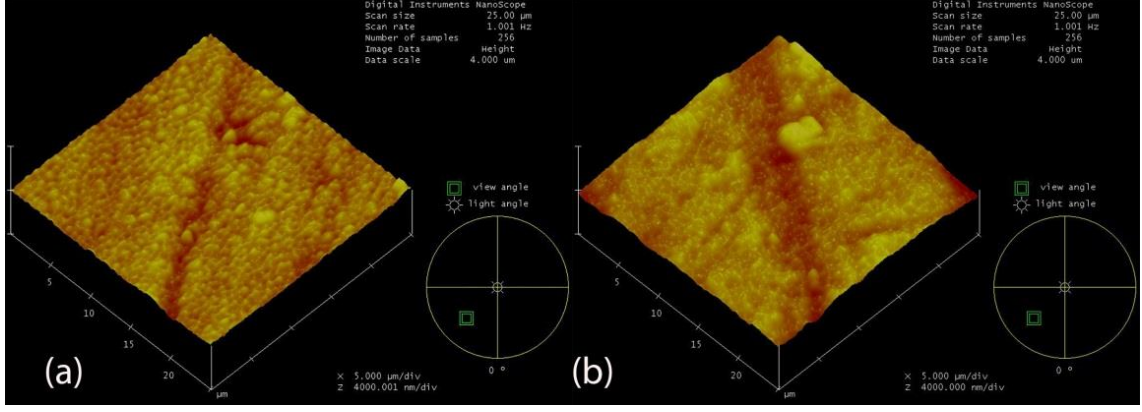
$**P < 0,01$,

Korelasyon analizi sonuçlarına göre yüzey pürüzlülüğü değerleri arttıkça eğilme dayanımı değerlerinin azaldığı görülmüştür. Yüzey pürüzlülüğü ve eğilme dayanımı arasında yaşlandırma uygulanan ve uygulanmayan gruplarda, sırasıyla %60,6 ve %47,4 oranında negatif yönde istatistiksel olarak önemli bir ilişki bulunmuştur ($P < 0,01$). Yüzey pürüzlülüğü ve monoklinik faz içeriği arasında önemli bir korelasyon bulunmamıştır ($P > 0,05$). Faz miktarı ve eğilme dayanımı arasında yaşlandırılmamış gruplarda %61,8'lik pozitif yönde, yaşlandırılmış gruplarda ise %60,1'lik negatif yönde önemli bir ilişki bulunmuştur. Bu iki parametre arasında tüm gruplara yapılan korelasyon analizine göre faz dönüşümü arttıkça eğilme dayanımı artmaktadır ($P < 0,01$).

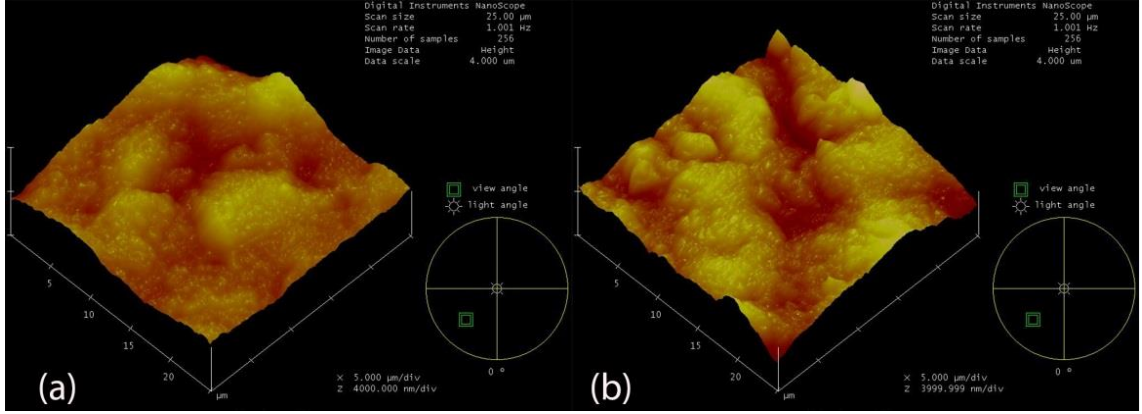
4.5. Mikroskop Analizi Bulguları

4.5.1. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM) Analizi Bulguları

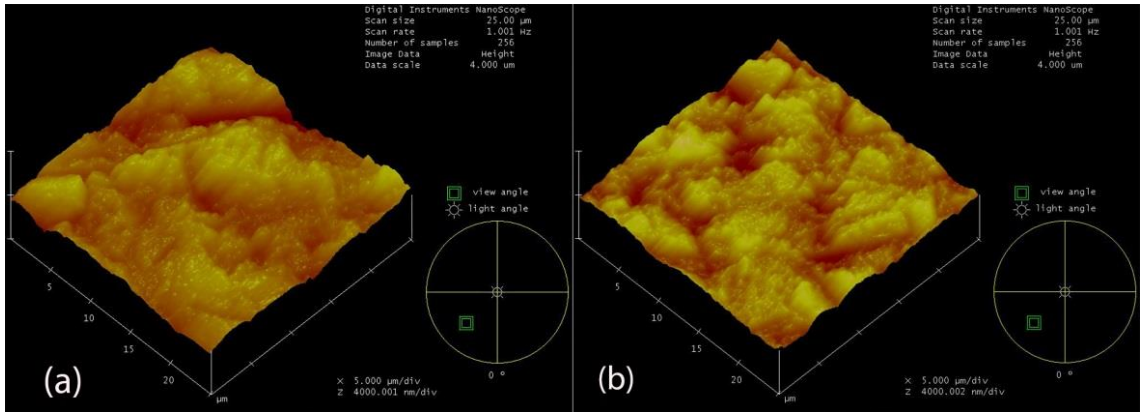
AFM analizi yapılan her gruptan birer adet örneğin mikroskop görüntüleri (25 x 25 μm) resim 17-20'de verilmiştir.



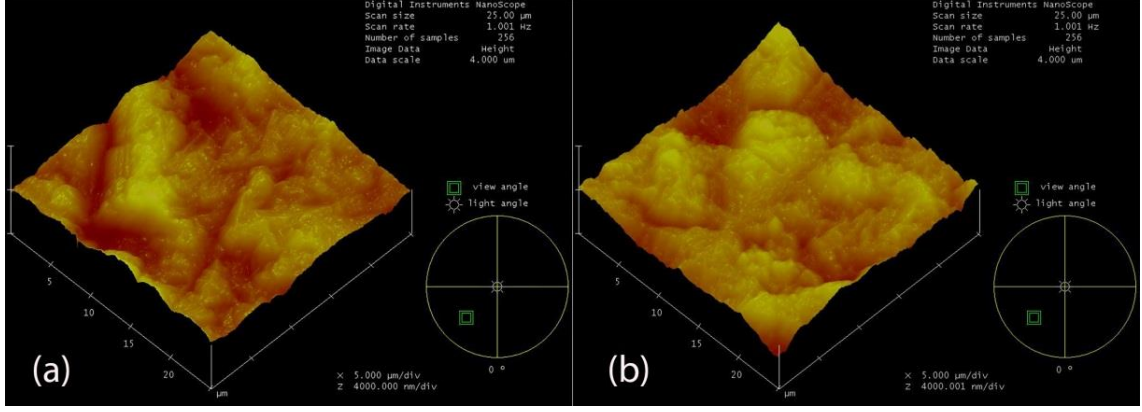
Resim 17. Kontrol grubundaki örneklere ait AFM görüntüleri. (a): Yaşlandırma -, (b): Yaşlandırma +



Resim 18. Sinterleme öncesi kumlama grubundaki örneklere ait AFM görüntüleri. (a): Yaşlandırma -, (b): Yaşlandırma +



Resim 19. Sinterleme sonrası kumlama grubundaki örneklere ait AFM görüntüleri. (a): Yaşlandırma -, (b): Yaşlandırma +

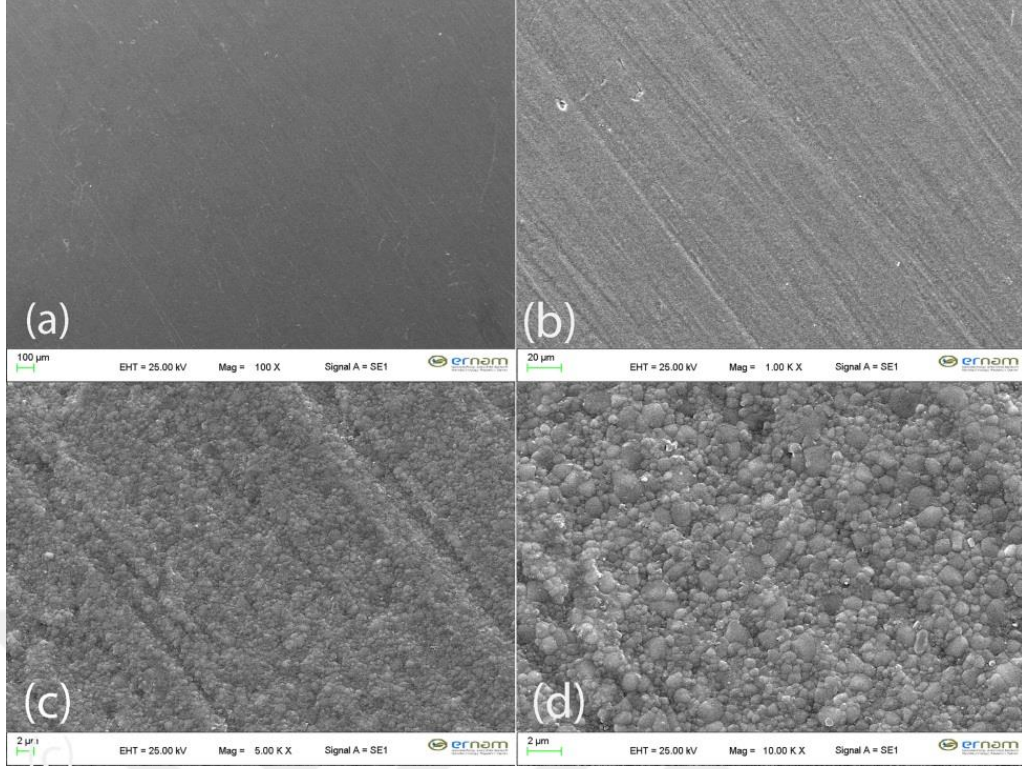


Resim 20. Sinterleme öncesi ve sonrası kumlama grubundaki örneklere ait AFM görüntüleri. (a): Yaşlandırma -, (b): Yaşlandırma +

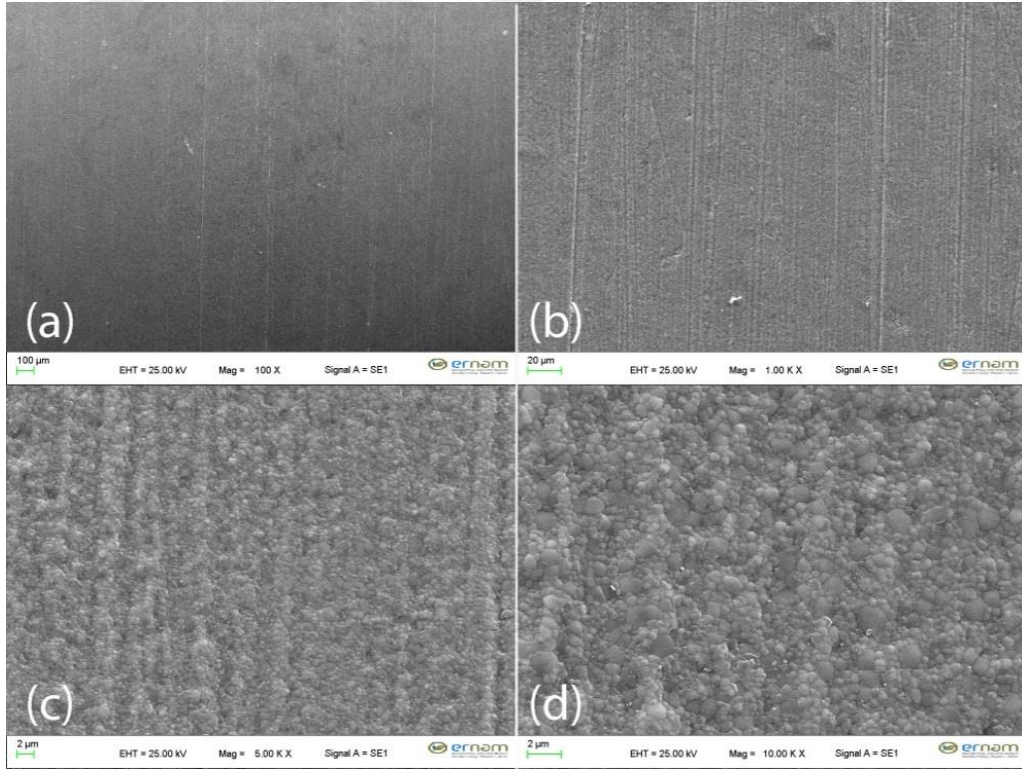
Elde edilen üç boyutlu AFM görüntülerine göre, sinterlemeden önce ve hem önce hem de sonra kumlama yapılan grupların daha girintili çıkıntılı yüzeylere sahip olduğu görülmüştür. Kontrol grubu örneklerinde, işlem yapılmış yüzeylere göre pürüzlülüğün az olduğu gözlenmektedir. Yaşlandırılmış örnekler yaşlandırılmamış olanlar ile benzer görüntüler göstermiştir.

4.5.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi Bulguları

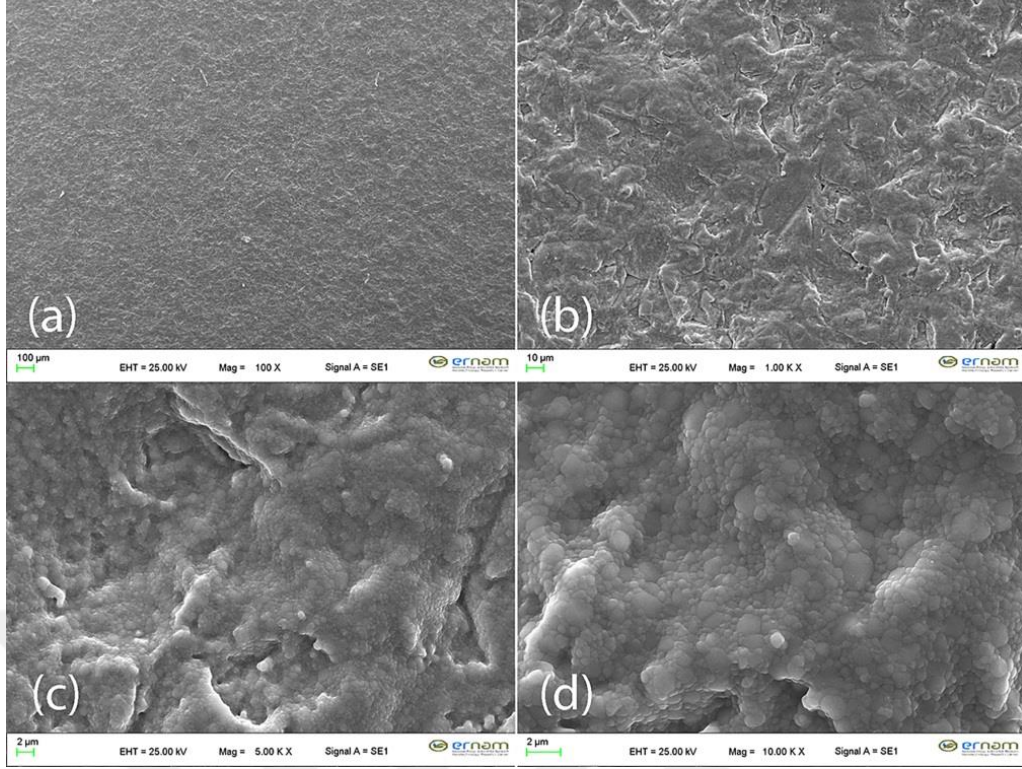
Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi sonucunda 100X, 1000X, 5000X ve 10000X büyütmede elde edilen görüntüler resim 21-28'te verilmiştir.



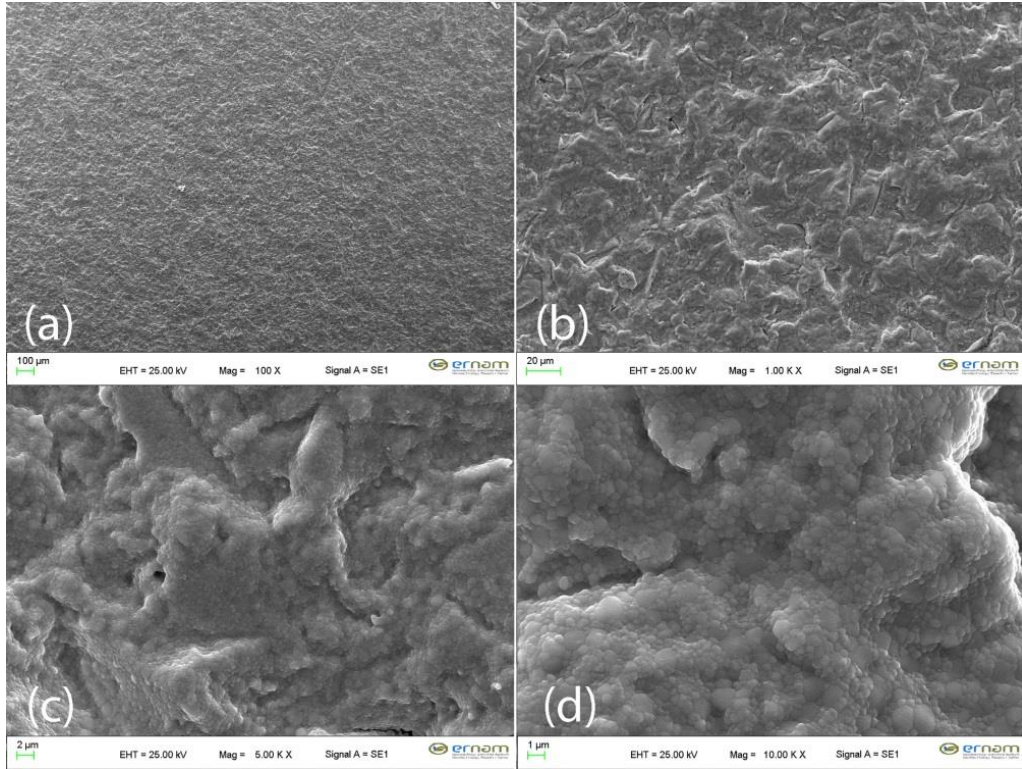
Resim 21. Kontrol (Yaşlandırma -) grubuna ait bir örneğin SEM görüntüleri; (a): 100X, (b):1000X, (c):5000X, (d):10000X



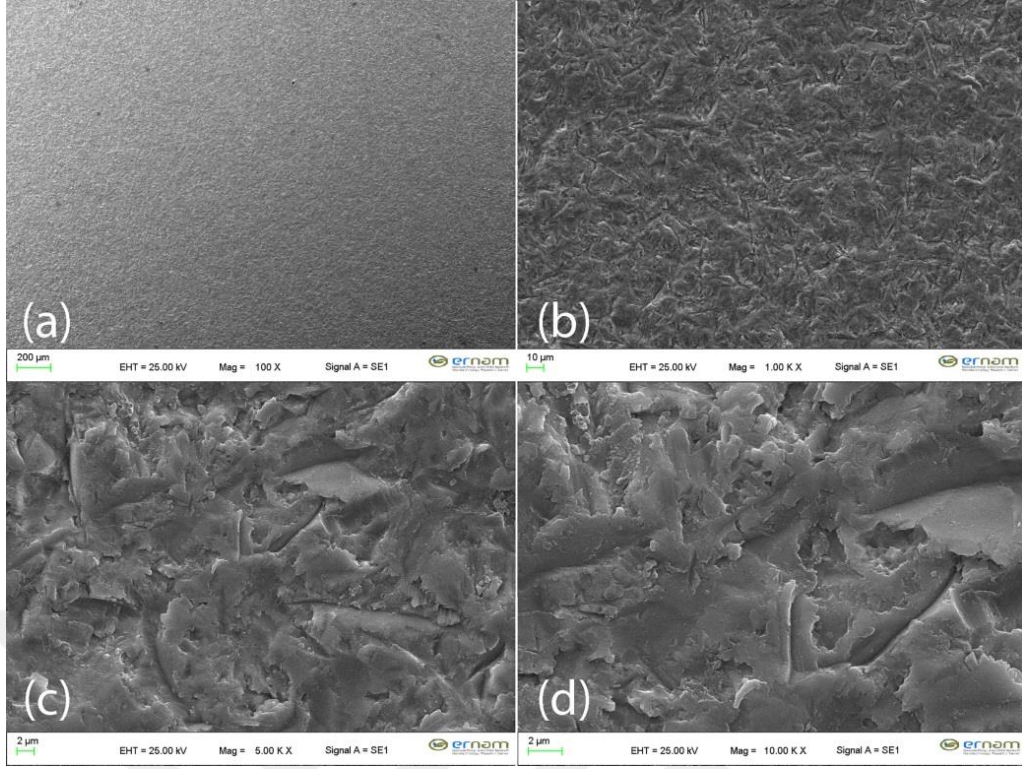
Resim 22. Kontrol (Yaşlandırma +) grubuna ait bir örneğin SEM görüntüleri; (a): 100X, (b):1000X, (c):5000X, (d):10000X



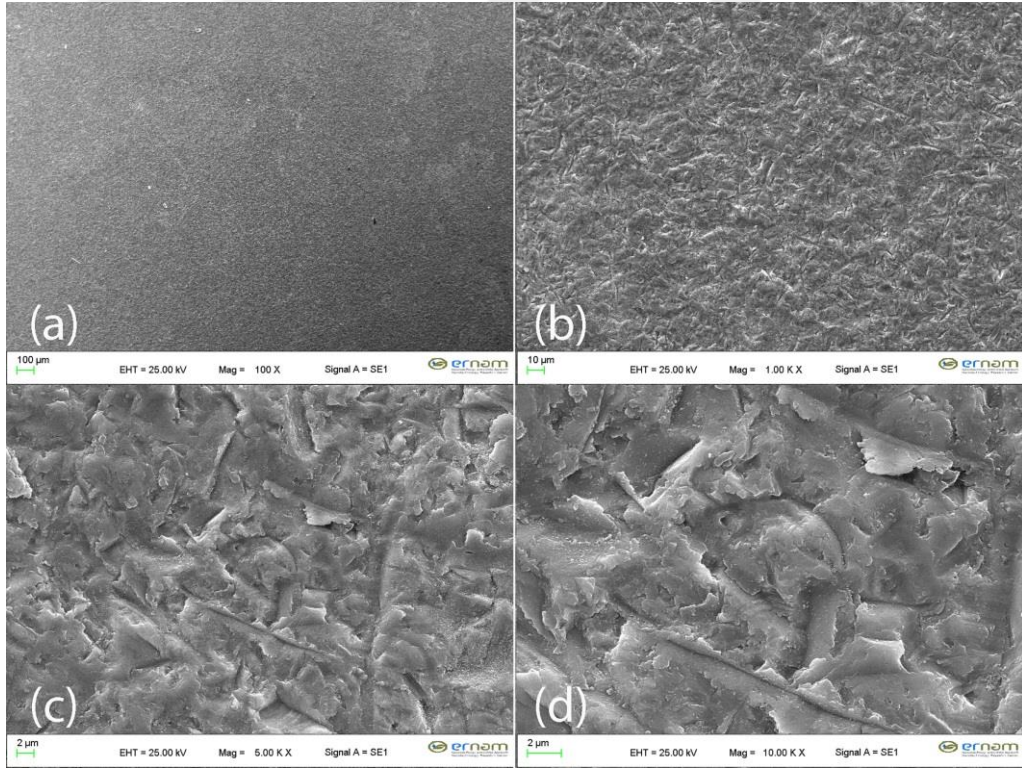
Resim 23. Sinterleme öncesi kumlama (Yaşlandırma -) grubuna ait bir örneğin SEM görüntüleri; (a): 100X, (b):1000X, (c):5000X, (d):10000X



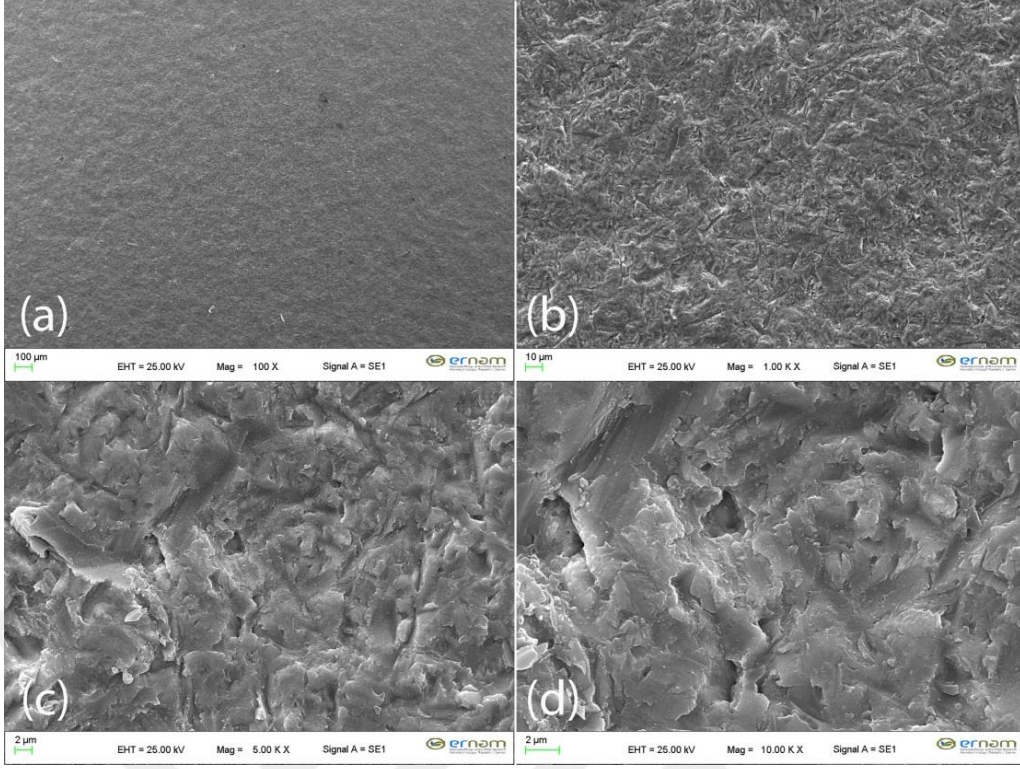
Resim 24. Sinterleme öncesi kumlama (Yaşlandırma +) grubuna ait bir örneğin SEM görüntüleri; (a): 100X, (b):1000X, (c):5000X, (d):10000X



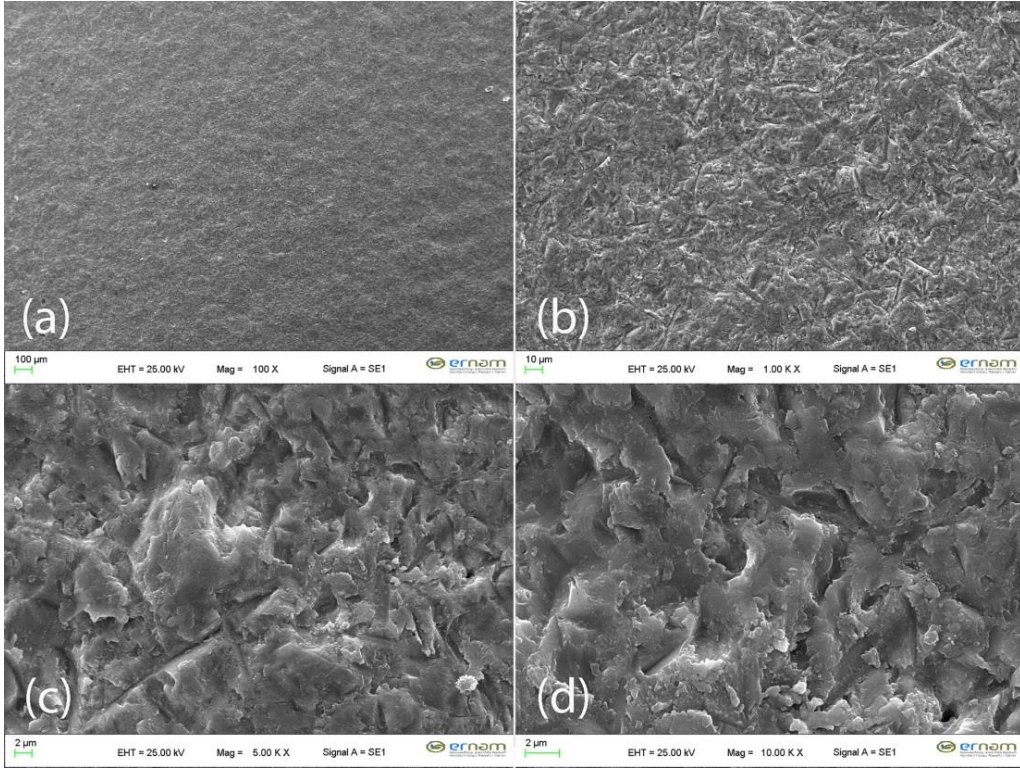
Resim 25. Sinterleme sonrası kuşlama (Yaşlandırma -) grubuna ait bir örneğin SEM görüntüleri; (a): 100X, (b):1000X, (c):5000X, (d):10000X



Resim 26. Sinterleme sonrası kuşlama (Yaşlandırma +) grubuna ait bir örneğin SEM görüntüleri; (a): 100X, (b):1000X, (c):5000X, (d):10000X



Resim 27. Sinterleme öncesi ve sonrası kumlama (Yaşlandırma -) grubuna ait bir örneğin SEM görüntüleri; (a): 100X, (b):1000X, (c):5000X, (d):10000X



Resim 28. Sinterleme öncesi ve sonrası kumlama (Yaşlandırma +) grubuna ait bir örneğin SEM görüntüleri; (a): 100X, (b):1000X, (c):5000X, (d):10000X

SEM görüntüleri de AFM görüntüleri ile uyumlu olarak sinterleme ve kumlama protokollerinin yüzey morfolojisini dikkate değer şekilde etkilediğini ortaya koymuştur. Sinterlemeden önce yapılan kumlama işlemi ile daha pürüzlü yüzeyler meydana gelmiş, yüzeyde derin pit ve fissürler oluşmuştur. Sinterlemeden sonra kumlama işlemi sonucunda nispeten daha sık yüzey pürüzlülüğü gözlenmiştir. Sinterlendikten sonra herhangi bir kumlama işlemi uygulanmayan gruplarda gren yapıları açıkça görülmektedir. Ayrıca SEM görüntüleri, yaşlandırılan örneklerin yüzey morfolojilerinin, yaşlandırılmayan örneklerle benzer olduğunu ortaya koymuştur. Sonuç olarak elde edilen mikroskop görüntülerinin yüzey pürüzlülüğü bulgularını desteklediği görülmüştür.



5. TARTIŞMA

Bu çalışma farklı kumlama ve sinterleme protokollerinin monolitik zirkonya üzerinde meydana getirdiği yüzey pürüzlülüğü, faz dönüşümü ve eğilme dayanımına etkisini incelemek için dizayn edilmiştir. Çalışmada elde edilen bulgulara göre farklı kumlama ve sinterleme işlemlerinin ve yapay yaşlandırmanın, incelenen değişkenler üzerinde herhangi bir farklılığa yol açmayacağı yönünde kurulan sıfır hipotezi reddedilmiştir.

Son yıllarda yttria-tetragonal zirkonya polikristali (Y-TZP) üstün mekanik özellikleri sayesinde metal seramik restorasyonlara bir alternatif olarak sıklıkla kullanılmaktadır (57,260). Materyalin kompozisyonuna bağlı olarak kırılma direnci 1000 MPa'ı aşabilmektedir (44,188). Bilgisayar destekli dizayn/üretim (CAD/CAM) teknolojileri, bu yüksek dayanıklılığa sahip materyali daha kolay uygulanabilir hale getirmenin yanısıra uyumlu altyapılar üretilmesine olanak vermektedir (261,262). Bu yüksek dayanıma sahip Y-TZP altyapıları veneer seramik ile kaplamak daha estetik restorasyonlar üretmek için sıklıkla kullanılan bir tekniktir (263,264). Ancak bazı klinik çalışmalarda veneer porseleni ile alakalı kırılma, atma veya altyapıdan ayrılma gibi majör problemler rapor edilmiştir (264-266). Bu sorunların üstesinden gelebilmek için bir alternatif olarak tam kontur monolitik zirkonya restorasyonlar gündeme gelmiştir (155,160). Monolitik zirkonyaların bir diğer avantajı da Nakamura ve ark. (155) tarafından belirtildiği üzere molar bölgede daha az kalınlıklarda bile çığneme kuvvetlerine karşı koyabilmesidir. Bu sayede diş preparasyon miktarının azaltılarak diş yapısının korunması ve aynı zamanda retansiyon ve rezistansın artırılması sağlanacaktır. Ayrıca son zamanlarda çok katmanlı yüksek translüsensiye sahip zirkonya sistemler, estetiğin geliştirilmesi amacıyla piyasaya sürülmüş olup birçok çalışmada farklı özellikleri incelenmiştir (267-269). Yine de bu materyallere ait yüzey pürüzlülüğü, faz dönüşümü ve eğilme dayanımını inceleyen çalışmalar sınırlıdır. Bu literatür bilgileri ışığında çalışmamızda çok tabakalı monolitik zirkonya kullanılması tercih edilmiştir.

Zirkonyada yapılan işlemlerin, bu materyallerin yüzey morfolojilerinde, kristal yapı içeriklerinde, mekanik özelliklerinde ve güvenilirliklerinde meydana getirdiği değişiklikler birçok araştırmacı tarafından bildirilmiştir. Yapılan çalışmalarda özellikle sinterleme sonrasında yapılan yüzey işlemlerinin zirkonyaya etkisi üzerine odaklanılmıştır (130,187,244,258). Zirkonyaya uygulanan yüzey işlemleri materyal üzerinde mikroçatlak

oluşumu, faz dönüşümü, yüzey pürüzlülüğü, eğilme dayanımında artma veya azalma gibi etkiler oluşturabilmektedir. Moon ve ark. (190) yüzey işlemlerinin zirkonyada meydana getirdiği faz dönüşümü miktarına bağlı olarak, transformasyon kapasitesini düşürdüğünü ve bu nedenle uygulanan kuvvetlerin materyal dayanımını olumsuz etkileyebileceğini vurgulamışlardır. Araştırmacılar ayrıca, kumlama işlemi sinterlemeden önce yapıldığı takdirde, sinterleme sonrası daha yüksek oranda tetragonal yapıya ulaşılacağından ve bu sayede mekanik özelliklerin geliştirilebileceğinden bahsetmiştir. Zirkonyaya sinterlenmeden önce ve sonra uygulanan yüzey işlemlerinin etkisini karşılaştıran çalışmalar mevcuttur. Ancak aynı örneklerin hem sinterleme öncesi hem de sinterleme sonrası kumlanması hakkındaki literatür bilgi sınırlıdır. Bu yüzden çalışmamızda sinterleme öncesi, sonrası ve hem öncesi hem sonrası kumlama protokollerinin etkileri araştırılmıştır. Standardizasyonun sağlanması açısından total kumlama süreleri bütün gruplar için sabit (20 saniye) tutulmuştur.

Restorasyonların uzun dönem başarısı için seramik yüzeyleri ve rezin arasındaki güçlü ve stabil bağlanma dayanımı oldukça önemlidir. Bu bağlantı kimyasal yolla olabileceği gibi, mikromekanik kilitleme yoluyla da meydana gelebilir (270). Ancak zirkonya, cam içeriğinden yoksun polikristalin yapısı nedeni ile hidroklorik asit ile pürüzlendirmeye dirençlidir. Bu yüzden zirkonyaya daha agresif yüzey işlemleri uygulanması gerekmektedir (59,77). Bu işlemlerden en sık kullanılanı ise kumlama işlemidir. Hallmann ve ark. (270), kumlamanın yüzeyi temizlediğini, yüzey pürüzlülüğünü artırdığını, yüzey enerjisini ve ıslanabilirliğini değiştirdiğini vurgulamışlardır. Bu bakımdan partiküllerin şekli, büyüklüğü, morfolojisi ve kimyasal bileşimi yüzeyin modifikasyonunda önemli bir rol oynayabilir. Dental uygulamalarda en sık kullanılan kum, alümina veya silika kaplı alümina partikülleridir. Daha önceden yapılan bir klinik çalışma zirkonyada kumlamanın önemini göstermiştir. Bu çalışmada kumlama işlemi yapılmadan sinterlenmiş zirkonya yüzeylerine MDP içerikli primerler ve yapıştırıcı simanlar direkt uygulanmış olup, araştırmacılar 53 aylık bir gözlem sürecinin sonunda %13,3 oranında bağlanma başarısızlığı rapor etmişlerdir. (271). Bu bulgu, kumlama işlemi yapılmadan yalnızca kimyasal yöntemler uygulandığında etkili bir bağlanma sağlanmasının zor olabileceğine dikkat çekmektedir.

Diğer yandan, yüksek basınçta yapılan kumlama işlemleri zirkonyanın mekanik dayanımını olumsuz yönde etkileyebilmektedir. Bu yüzden Kern (272), düşük basınçta ve

50 µm boyutundaki partiküllerle kuşlamayı önermiştir. Benzer şekilde Tsuo ve ark. (273), sinterlenmiş zirkonya için 50 µm'lik Al₂O₃ partikülleri ile kuşlamayı önermişlerdir. Başka çalışmalarda da hem 50 µm hem de 110 µm kuşlamanın bağlanma dayanımı açısından yararlı olduğu bildirilmiştir (274,275).

Bugüne kadar yapılmış birçok çalışmada kuşlama işlemi 2-4 bar basınç aralığında (190,276-278), 5-20 mm arasında değişen mesafelerde (279-281) ve 10-20 saniye süre ile (205,281-284) uygulanmıştır. Moon ve ark. (190), Kitayama ve ark. (285) ve Passos ve ark. (284), yaptıkları çalışmalarda test örneklerini sirküler hareketler yaparak kuşlamışlardır. Chintapalli ve ark. (15), küçük partikül boyutları ve 4 bardan düşük basınç değeri ile yapılan kuşlama işleminin, abrazyonun meydana getirdiği hasara karşı koyan kompresif rezidüel stresler yolu ile biaksiyal dayanımı ve güvenilirliği arttırdığını belirtmişlerdir. Yapmış olduğumuz bu çalışmada da mevcut literatür bilgilerin ışığında 50 µm alüminyum oksit kumu kullanılarak, 20 mm uzaklıktan, 3 bar basınç altında, dairesel hareketler ile 20 saniye boyunca kuşlama yapılması tercih edilmiştir.

Daha önceden yapılan bir çalışmada sinterleme öncesi 70 µm ve sinterleme sonrası 50 µm alüminyum oksit kuşlaması karşılaştırılmış ve benzer yüzey pürüzlülük değerleri (sırasıyla 0,664 ve 0,654 µm) bulunmuştur. Buna rağmen yüzey morfolojilerinde farklılıklar olduğu gözlemlenmiştir. Kuşlamadan sonra yapılan sinterleme işleminin yüzeylerde yuvarlak hatlı ve künt defektler oluşturduğu, sinterleme sonrası yapılan kuşlama işleminin ise keskin kenarlara sahip defektlere yol açtığı bildirilmiştir. Araştırmacılar sinterleme sonrasında yapılan kuşlama ile meydana gelen bu defektlerin çatlak yayılımını arttırabileceğini vurgulamışlardır (190). Ancak yapmış olduğumuz bu çalışmada, sinterleme öncesinde 20 saniye yapılan kuşlama, kontrol grubuna göre eğilme dayanımını önemli ölçüde azaltmıştır. Bunun sebebi yukarıda bahsedilen çalışmanın aksine, elde ettiğimiz yüzey pürüzlülüğü değerlerinin sinterleme öncesinde kuşlanan gruplarda önemli derecede yüksek bulunması olabilir. Bu bulgu elde edilen SEM ve AFM görüntüleri ile desteklenmektedir. Ayrıca yapılan korelasyon analizi sonuçları, yüzey pürüzlülüğü arttıkça eğilme dayanımının azaldığını göstermiştir. Sinterleme işlemi zirkonyada %20 oranında büzülmeye yol açarak yüzey pürüzlülük değerlerini azaltabilmektedir (286). Sinterleme büzülmesinin yüzey pürüzlülüğünü azaltıcı bu etkisine rağmen, çalışmamızda aynı kuşlama parametrelerinin uygulandığı gruplar kıyaslandığında, pürüzlülük değerlerinin presinterize

aşamada işlem yapılmış örneklerde daha fazla bulunmasının sebebi, bu materyalin yumuşak yapısı ve dolayısıyla kumlama işleminin etkinliğinin fazla olması olabilir.

Monaco ve ark. (191) yaptıkları çalışmanın sonucunda partikül büyüklüğü arttıkça yüzey pürüzlülüğünün arttığını, kumlama işlemi yapılan örneklerin tamamının kontrol grubuna oranla daha yüksek yüzey pürüzlülüğüne sahip olduğunu ve sinterleme işlemi öncesinde kumlanan örneklerin yüzey pürüzlülüğünün sinterleme sonrasında kumlanan örneklerden fazla olduğunu bulmuşlardır.

Okutan ve ark. (286), önceden kumlanmış Y-TZP numunelerinin sinterlenmesinden sonra yüzey pürüzlülüğünün belirgin şekilde azaldığını ve Y-TZP yüzeyinin kumlama ile aşındırılmasının, yüzey pürüzlülüğünü arttırmada önemli bir işlem olduğunu vurgulamışlardır. Bizim çalışmamızda yalnızca sinterleme sonrasındaki yüzey morfolojisine odaklanıldığı için, sinterleme işleminden önce yüzey pürüzlülük değerleri ölçülmemiştir.

Okutan ve ark. (286) aynı çalışmalarında, farklı kumlama basıncının, sırasının ve kum boyutunun rezin siman ile zirkonya arasındaki bağlanma dayanımına etkisini araştırmışlar ve bağlanma dayanımının farklı kumlama prosedürlerinden etkilenmediğini bulmuşlardır. Farklı kumlama prosedürlerinin rezin siman ile zirkonya arasındaki bağlanma dayanımına etkisini inceleyen bir başka çalışmada da kumlama işleminin kontrol grubuna oranla bağlanma dayanımını arttırdığı, ancak sinterleme işleminden önce ve sonra olmak üzere yapılan kumlama sırasının bağlanma dayanımı üzerinde anlamlı bir fark yaratmadığı bulunmuştur (190). Dönmez ve ark. (287) bağlanma dayanımının yalnızca yüzey pürüzlülüğü ile ilişkili olmadığını, materyalin yüzey enerjisinin ve adezivin özelliklerinin de önemli rol oynadığını vurgulamışlardır. Bu literatür bilgileri sinterleme öncesi kumlama işleminin, sinterlenmiş zirkonyada yapılan kumlamaya göre bağlanma dayanımında olumlu bir etki sağlamadığına işaret etse de monoklinik fazın tetragonal faza geri dönmesinin materyalin mekanik özelliklerini nasıl etkilediği merak konusudur.

Ebeid ve ark. (288) yaptıkları çalışmada benzer olarak, sinterleme işlemi ile yüzey pürüzlülüğünün azaldığını ve kum partiküllerinin boyutu ile yüzey pürüzlülüğü değerlerinin korelasyon halinde olduğunu bulmuşlardır. Sinterleme öncesinde kumlanan örneklerin yüzey pürüzlülüğü, daha düşük kumlama basıncı uygulanmış olmasına rağmen (0,5 bar), sinterleme sonrasında kumlanan gruptan (2,8 bar) daha yüksek bulunmuştur. Araştırmacılar ayrıca yapılan yüzey işleminin parametrelerinin ve sırasının, yüzey pürüzlülüğü, faz

dönüşümü ve eğilme dayanımı üzerine anlamlı etkisi olduğunu bildirmişlerdir. Buna ek olarak zirkonyaya sinterleme öncesi 50 µm alüminyum oksit partikülleri kullanılarak yapılan kumlama işleminin, yeterli yüzey pürüzlülüğü oluşturması açısından umut verici olduğunu ve bu işlem neticesinde materyalin faz dönüşümü olmadan kabul edilebilir dayanıma sahip olduğunu bildirmişlerdir. Bu bulgunun bizim çalışmamıza göre değişiklik göstermesinin sebebi, sinterlemeden önceki kumlama basınç parametresinin iki çalışma arasındaki farkına bağlı olabilir.

Tetragonal fazdan monoklinik faza olan dönüşüm termal yaşlanma, aşındırma ve kumlama gibi dış etkenler tarafından tetiklenebilmektedir. Bu dönüşüm, baskı gerilmelerini indükleyen %3-4'lük bir hacim genişlemesi sergileyerek çatlak uçlarına kompresif kuvvetler uygular ve çatlakların daha fazla ilerlemesini önler. Öte yandan, şiddetli aşındırma ve kumlama işleminin neden olduğu derin yüzey kusurları stres yoğunlaştırıcıları olarak işlev görür ve dayanımın azalmasına neden olabilir (289). Bahsedilen hacim artışıyla meydana gelen kuvvetler, materyalde dayanımı artırıcı rezidüel kompresif stresler oluşturabildiği gibi materyalin mekanik direncinin aşılması durumunda yaygın çatlak ağına da sebebiyet verebilir (191).

Çalışmamızda faz analizi değerlendirmelerinin daha hassas yapılabilmesi için, XRD sistemi ile uyumlu bir bilgisayar yazılım programı (EVA, Bruker AXS GmbH, Karlsruhe, Almanya) kullanılmıştır. Çalışmaların bazılarında yalnızca göreceli monoklinik faz oranı (X_m) hesaplanırken (191,244,290), birçoğunda ise X_m değerinden yola çıkılarak monoklinik hacim içeriği (V_m) değerleri hesaplanmıştır (258,291,292). Çalışmamızda önceki çalışmalarla karşılaştırma yapılabilmesi için X_m değerlerinin yanında V_m değerleri de ölçülmüştür.

Monaco ve ark. (191) yaptıkları çalışmada, kontrol grubuna ait örneklerin ve presinterize aşamada kumlamaya tabi tutulan örneklerin, sinterizasyon işleminden sonra monoklinik faz içermediğini bildirmişlerdir. Sinterleme sonrasında kumlanan örneklerin XRD analizlerinde ise belirgin monoklinik pikler kaydedilmiştir. Sinterleme işlemi sonrasında 50 µm ve 30 µm boyutlarındaki partiküllerle kumlanan örneklerin içerdikleri monoklinik faz oranı (X_m) benzer (sırasıyla %10 ve %8), 110 µm alüminyum oksit ile kumlananlarda ise daha fazla (%14) bulunmuştur. Araştırmacılar sinterleme sonrası kumlanan örneklerdeki monoklinik faz oranının aşındırıcı parçacık çapı ve dolayısıyla darbe enerjisi ile bağlantılı olduğunu bildirmişlerdir.

Ebeid ve ark. (288) yaptıkları çalışmada aynı şekilde, sinterleme öncesi kumlanan grup ile kontrol grubuna ait örneklerdeki monoklinik fazın sinterleme işleminden sonra tetragonal faza dönüştüğünü bildirmişlerdir. Araştırmacılar bu durumunun esas olarak, sinterleme işlemi sırasında ulaşılan sıcaklığın, tetragonal-monoklinik dönüşüm sıcaklığının üzerinde bir değerde olmasından kaynaklandığını belirtmişlerdir. Aynı çalışmada mevcut monoklinik faz miktarı ile eğilme dayanımı arasında doğrudan bir ilişki olduğu ve monoklinik faz miktarı arttıkça, buna eğilme dayanımında da bir artışın eşlik ettiği gösterilmiştir. Ancak monoklinik faz varlığının, mekanik yükleme ve hidrotermal yaşlanma sırasında spontan olarak artması nedeniyle zirkonya restorasyonun mekanik özelliklerini negatif etkileyebileceği de vurgulanmıştır. Subaşı ve ark. (291) ve Sato ve ark. (292), ısı işlem uygulamasından sonra zirkonya yüzeyinde önemsenmeyecek derecede monoklinik faz varlığı tespit etmişlerdir. Benzer şekilde Karakoca ve ark. (244), Zirkozahn örneklerde kontrol grubunda yaklaşık %1,7 gibi küçük bir oranda monoklinik faz tespit etmişlerdir. Araştırmacılar bu sonucun materyal tipiyle alakalı olabileceğini belirtmişlerdir. Yapmış olduğumuz bu çalışmada da hem kontrol grubunda hem de sinterleme öncesi işlem yapılmış örneklerde, sinterleme prosedürüyle beraber monoklinik fazın neredeyse tamamının teragonal faza döndüğü tespit edilmiştir. Buna ilaveten yaşlandırma uygulanmayan gruplarda monoklinik faz oranı ile eğilme dayanımı arasında pozitif anlamlı bir korelasyon tespit edilmiştir.

Sinterleme sonrasında yapılan kumlama işlemlerine bakıldığında, Inokoshi ve ark. (140), Garcia Fonseca ve ark. (293) ve Passos ve ark. (284), 50 µm Al₂O₃ partikül büyüklüğü ile sırasıyla %7,6-9,8, %5, %6,1; Cattani Lorente ve ark. (142), 70 µm Al₂O₃ partikül büyüklüğü ile %4-5 ve 125 µm Al₂O₃ partikül büyüklüğü ile %10,2; Kosmac ve ark. (188), Karakoca ve Yılmaz (244), Guazzato ve ark. (202), ve Okutan ve Yücel (130), 110 µm partikül büyüklüğü ile sırasıyla %14-15, %9,5-14,5, %9,5, %11,43-12,24 oranında monoklinik faz miktarı tespit etmişlerdir. Çalışmamızdaki faz dönüşümü değerleri, sinterlemeden sonra kumlama yapılan gruplarda X_m: %8,61, V_m: %10,99, hem sinterlemeden önce hem sinterlemeden sonra kumlanan gruplarda ise X_m: %8,15, V_m: %10,42 olarak bulunmuştur. Yaşlandırma uygulanmamış bu gruplar arasında faz dönüşümü açısından anlamlı bir fark bulunamamıştır. Bu sonuç sinterleme sonrası 10 saniye ve 20 saniye kumlama sürelerinin faz dönüşümü açısından bir fark yaratmadığına işaret etmektedir. Literatür çalışmalardaki faz dönüşümü değerlerinde görülen varyasyonlar ise

materyaller arasındaki stabilize edici oksitlerin tipi, dağılımı ve konsantrasyonu (44,292) ve zirkonyanın gren büyüklüğü (14,188) gibi kimyasal ve yapısal farklılıklara bağlanabilir.

Zirkonyayı uzun süre nemli bir ortamda, termal ve mekanik sıklusa maruz kaldığı klinik koşullarda değerlendirmek oldukça önemlidir. Bu şartlarda, oluşan yüzey kusurları stresin daha da yoğunlaşmasına neden olarak kırılabilirliği arttırabilir. Bu nedenle, bir malzemenin seçimi için uzun dönem yaşlandırma koşulları altında dayanabileceği stres seviyelerini bilmek önemlidir (289).

Seramik gibi kırılabilir malzemelerin gücünü değerlendirmek için, eğilme dayanımı testi genellikle anlamlı ve güvenilir bir yöntem olarak kabul edilir (260). Eğilme dayanımı 3 nokta ve 4 nokta eğilme dayanımı testleri ve ayrıca biaksiyal eğilme dayanımı testiyle ölçülebilmektedir. 3 nokta ve 4 nokta gibi üniaksiyal kırma testleri örnek kenarlarındaki defektlere ve çatlaklara oldukça hassastır (294,295). Bu yüzden biaksiyal eğme testleri kırılabilir materyallerle çalışmak için daha güvenilir bir teknik olarak kabul edilmektedir. Çünkü maksimum gerilim stresleri santral yükleme alanında oluşmakta ve kenar başarısızlıkları bu sayede elimine edilmektedir (252). Bu yüzden çalışmamızda biaksiyal eğilme dayanımı testi tercih edilmiştir.

Mota ve ark. (296), zirkonyada faz dönüşümü ve mekanik özellikleri inceledikleri çalışmalarında biaksiyal eğilme dayanımı testi kullanmışlardır. Bu çalışmada örnekler, işlem görmüş yüzeyleri destekleyici 3 topa bakacak şekilde aşağıda pozisyonlandırılmıştır. Benzer şekilde Zucuni ve ark.'nın (297) çalışmasında da örneklerin işlem görmüş yüzeyleri aşağıda konumlandırılmış olup bu yüzeylerin gerilim tarafları olduğu bildirilmiştir.

Yapılmış çalışmaların bazılarında biaksiyal eğme testi sırasında örnek yüzeyi ile kırma pistonu arasına adeziv bant (298-300) veya 0,05 mm kalınlığında plastik tabaka (36,244,301) yerleştirilmiştir. Araştırmacılar bunun yük uygulaması sırasında kuvvet dağılımını daha homojen hale getirebilmek, beklenmeyen stres konsantrasyonlarını önlemek ve kırıcı uçla örnek arasında net bir dairesel temas elde edebilmek için yapıldığını bildirmişlerdir. Çalışmamızda tüm bu literatür bilgilere ve ISO 6872 standartlarına bağlı olarak, örneklerin işlem görmüş yüzeyleri metal toplara bakacak şekilde konumlandırılmış olup, kırma işlemi 1,6 mm çapındaki kırıcı piston ucuyla örneklerin arasına 0,05 mm plastik bir tabaka yerleştirilerek, 1 mm/dk hızda yapılmıştır.

Kosmac ve ark.'na (14) göre kumlama işleminden sonra yüzey çatlakları stres kaynaklı transformasyon derinliğini aşmamaktadır. Bu sayede kumlama ile meydana gelen hasar yüzeyde lokalize olmakta ve materyalin bütününe etkileyememektedir. Bunun aksine bazı araştırmacılar kumlamanın mekanik özellikleri geliştirici etkisi olmadığını rapor etmişlerdir (187). Kumlama işleminden sonra dayanımdaki artma veya azalma yüzey hasarı (302) veya rezidüel sıkıştırma stresleri (14) ile ilişkilidir. Zhang ve ark. (302), faz dönüşümüne bağlı hacim artışının zirkonyadaki plastik deformasyondan sorumlu olduğunu bildirmişlerdir. Benzer şekilde Grigore ve ark. (290), 105 µm boyutundaki partiküllerle yapılan kumlamanın yüksek defekt yoğunluğuna ve yüzey hasarına yol açtığını bildirmişlerdir. Monaco ve ark (191), kumlama sırasındaki yüksek gerilimlerin ve faz dönüşümünün yüzey çatlaklarına neden olacağını ve bunun da materyal dayanımını olumsuz etkileyeceğini vurgulamışlardır. Ancak Garcia Fonseca ve ark. (293) 50 µm alüminyum oksit ile kumlama yaptıkları çalışmalarında, kontrol grubuna göre eğilme dayanımında 872,8 MPa'dan 1410,9 MPa'ya varan bir artış tespit etmişlerdir. Wang ve ark. (195), polisajlanarak 50 µm alüminyum oksit ile kumlanmış zirkonya örneklerin dayanımının yalnızca polisajlanmış örneklerle benzerlik gösterdiğini bildirmişlerdir. Çalışmamızda sinterleme sonrası 20 saniye kumlama yapılarak elde edilen eğilme dayanımı değerlerinin kontrol grubuna kıyasla önemli ölçüde arttığı görülmüştür. Bu bulgu, kullandığımız kumlama parametrelerinin materyal yüzeyinde dayanımı düşürecek derecede bir deformasyon yaratmamasına ve aynı zamanda yüzeyde oluşan sıkıştırma tabakasının dayanımı arttırmasına bağlı olabilir.

Papia ve ark. (168), kumlama işleminin yüzey hasarı oluşturmasının yanı sıra yüzeyden önemli ölçüde materyal uzaklaştırarak dayanımı düşürme potansiyeli olduğunu belirtmişlerdir. Ebeid ve ark. (288) yaptıkları çalışmada, sinterleme sonrası kumlanan örneklerin eğilme dayanımının, sinterleme öncesinde kumlanan örneklere ve kontrol grubuna göre büyük oranda fazla çıktığını bulmuşlardır. Ayrıca aynı çalışmada kontrol grubu ile sinterleme öncesinde kumlanan örneklerin eğilme dayanımı karşılaştırıldığında ise, kontrol grubuna ait örneklerin daha fazla eğilme dayanımı sergilediği ancak arada anlamlı bir fark bulunmadığı bildirilmiştir. Bu sonuç sinterleme öncesinde düşük kumlama basıncı kullanılması sebebiyle ortaya çıkmış olabilir.

Kurtulmuş Yılmaz ve Aktöre (303), sinterleme sonrasında kumlanan örneklerdeki eğilme dayanımını kontrol grubundan, kontrol grubunun eğilme dayanımı da sinterleme

öncesinde kumlananlardan fazla bulmuşlardır. Bahsedilen bu çalışmada mekanik yüzey işlemlerinin sinterlenmiş zirkonyada meydana getirdiği faz dönüşümü, materyal yüzeyinde sıkıştırıcı rezidüel gerilimler oluşturarak zirkonyanın eğilme dayanımını arttırmıştır. Sinterleme öncesi kumlanan gruplarda bulunan düşük eğilme dayanımı değerleri, SEM görüntülerinde gözlenen zirkonya örneklerinin yüzeyindeki yoğun aşınmalara, derin çöküntülere ve düzensizliklere atfedilebilir. Bu bulgular çalışmamızda elde edilen AFM ve SEM görüntüleri ile uyumludur.

Passos ve ark. (284), sinterlemeden önce 50 µm Al₂O₃ ile kumladıkları gruplarda 4 nokta eğme testiyle ölçtükleri dayanım değerlerinin önemli ölçüde düştüğünü bildirmişlerdir. Sinterlemeden sonra yapılan kumlama ise eğilme dayanımını önemli ölçüde arttırmıştır. Bu nedenle araştırmacılar, Kurtulmuş Yılmaz ve Aktöre'ye (303) benzer olarak sinterleme öncesinde kumlanan yumuşak örneklerin gözle görülür bir hasara uğradığını ve bu yüzden bu prosedürün kullanımının önerilmediğini belirtmişlerdir.

Abi-rached ve ark. (304), zirkonya örneklere 50 µm Al₂O₃ kumu ile sinterlemeden önce, sinterlemeden sonra ve hem sinterlemeden önce hem de sinterlemeden sonra kumlama uygulamışlardır. Presinterize aşamadaki örneklere 0,5 bar, sinterleme sonrasındaki örneklere ise 2,8 bar kumlama basıncı uygulamışlardır. Sinterlemeden önce uygulanan kumlama işlemi düşük basınçta yapılmasına rağmen, dayanım değerlerini işlem yapılmayan kontrol grubuna göre bir miktar düşürmüştür ancak bu fark istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır. Sinterleme sonrası kumlama ve hem önce-hem sonra kumlama işlemi dayanım değerlerini kontrol grubuna göre önemli ölçüde arttırmıştır. Araştırmacılar aynı zamanda hem önce-hem sonra yapılan kumlama işleminin rezin siman ile olan bağlanma dayanımına olumlu etkisi olduğunu bulmuşlardır.

Çalışmamızda sinterleme öncesi kumlama uygulanan gruplar kontrol grubuna göre önemli derecede düşük eğilme dayanımı değerleri göstermiştir. Sinterlemeden sonra kumlama uygulanan gruplar ise kontrol grubuna göre istatistiksel olarak yüksek dayanım değerleri göstermiştir. Yaşlandırılmamış hem önce-hem sonra kumlanan örnekler ise eğilme dayanımı bakımından kontrol grubundan farksız bulunmuştur. Bu bulgu neticesinde Passos ve ark. (284) ve Kurtulmuş Yılmaz ve Aktöre'nin (303) çalışmalarına benzer olarak sinterleme öncesinde yapılan kumlama işleminin klinik kullanımı, mekanik özellikleri olumsuz etkilediği için önerilmemektedir. Abi-rached ve ark. (304) ile uyumlu olarak hem önce hem sonra kumlama işlemi dayanım değerlerini düşürmediği için, bu prosedürün

uyguladığımız parametreler ile kullanımı umut verici bulunmuştur. Hem önce-hem sonra kumlama grubu, yalnızca sinterlemeden sonra kumlanan örnekler ile karşılaştırıldığında, faz dönüşümü bakımından yakın değerler gösterirken daha yüksek yüzey pürüzlülüğü değerleri sergilemiştir. Ancak yine de rezin siman ile olan bağlanma dayanımını inceleyen çalışmalar gerekmektedir. Moon ve ark. (190), sinterleme öncesi kumlama yapılmasının dezavantajları olarak, bu uygulamanın marjinlerde uyumsuzluğa yol açabileceğini ve işlem sırasında alüminyum oksit partiküllerinin presinterize zirkonya içerisine gömülebileceğini belirtmişlerdir. Dolayısıyla bu tekniğin, sinterleme sonrasında yapılan kumlamaya göre daha hassas ve zor bir işlem olduğu unutulmamalıdır.

Y-TZP'den imal edilen kalça protezleri, femur başı başarısızlıkları görülene kadar tıbbi uygulamalar için sıklıkla kullanılmıştır. Kırık femur başlarının yapılan analizleri, materyalin mekanik özelliklerine zarar veren ve yaşlanma olarak da adlandırılan düşük ısı bozulmasına işaret etmiştir (217). Yapılan çalışmalar göstermiştir ki zirkonyum oksit nispeten düşük bir sıcaklık aralığında (65°C - 400°C) ve su varlığında, tetragonalden monoklinik faza spontan bir dönüşüme uğramaktadır. Faz dönüşümü yüzeyden yapının içerisine kademeli olarak ilerlerken, transformasyon geçiren bölgelerde, faz dönüşümüne eşlik eden hacim artışı sonucu gelişen mikro ve makro çatlaklar büyüyerek yayılır ve böylece mekanik özelliklerde ciddi bir düşme gözlenir. Bu fenomene düşük ısı bozulması denir (305). Düşük ısı bozulması yüzey monoklinik faz ile doyduktan sonra ana kütleyle doğru ilerler. Bu fenomen, zirkonyanın sağlamlığını, mukavemetini ve yoğunluğunu önemli ölçüde azaltabilir ve restorasyonun çigneme gibi döngüsel baskılara maruz kalması ile daha da kötü bir hal alır. Düşük ısı bozulması ayrıca antagonist dişlerde aşınmaya neden olabilecek zirkonya yüzey pürüzlülüğünü de arttırabilir (289). Araştırmacılar düşük ısı bozulmasının, oral ortamdaki zirkonyanın uzun vadeli mekanik davranışlarını etkileyebilecek en zararlı durum olduğunu vurgulamışlardır (17). Oblak ve ark. (306), özellikle de monolitik zirkonya kullanılarak üretilen restorasyonların oral kavitenin nemli ortamı ile direkt olarak ilişkili olduğunu ve bu yüzden düşük ısı bozulmasının bu materyaller için daha da önemli olduğunu belirtmişlerdir. Sonuç olarak yaşlanmanın etkisini değerlendirebilmek ve kontrol edebilmek için düşük ısı bozulmasını daha iyi anlamak gereklidir (217).

Yapay yaşlandırma yöntemi olarak asetik asit (60,307), termal siklus (308,309) ve otoklav (217,296) kullanan birçok çalışma mevcuttur. Su ve ısı varlığında hızlanan faz

dönüşümünün değerlendirilebilmesi için yapılan yüksek sıcaklıklardaki buharlı otoklav işlemlerinin, düşük ısı bozulmasının hızlandırılmış testi için iyi bir yöntem olarak hizmet ettiği gösterilmiştir (310).

Chevalier ve ark. (135), porselenlerin otoklavda 134 °C ve 2 bar basınç altında 1 saat süreyle yaşlandırılmasının, oral ortamdaki 37 °C'de 3-4 yıllık seramik yaşlanması ile karşılaştırılabilir bir etkiye sahip olduğunu belirtmişlerdir. Bununla birlikte, zirkonya restorasyonların oral ortamda maruz kaldığı diğer faktörler (örneğin, döngüsel mekanik ve termal yüklenme) bu hesaplamada dikkate alınmaz; bu nedenle yaşlanma in-vivo olarak daha hızlı ilerleyebilir (17). Çalışmamızda kullanılan 5 saatlik yaşlandırma süresi, klinik koşullarda yaklaşık 15-20 seneye tekabül etmektedir.

Kohorst ve ark. (17), yaptıkları çalışmada zirkonya örnekleri otoklav ile 16, 32, 64, 128 saat yaşlandırılan ve kontrol grubu (yaşlandırılmayan) olarak kategorize etmişlerdir. Yaşlandırma sonrası yapılan AFM analizlerinde 3Y-TZP yüzeylerinin, artan monoklinik faz içeriğine bağlı olarak pürüzlü hale geldiği açıkça görülmüştür. Araştırmacılar bu durumun yüzeyde faz dönüşümüne uğramış zirkonya kristallerinin belirgin şekilde yükselmesinden kaynaklanmış olabileceğini bildirmişlerdir. Yaşlandırılmış 3Y-TZP örneklerinin SEM analizi ise, kırılma yüzeylerinde iki ayrı bölgenin varlığını ortaya koymuştur. Örneklerin yüzeye yakın bölgeleri göreceli olarak pürüzlü ve keskin kenarlı tanecikler sergilemiştir. Bu durum, t-m dönüşümü nedeniyle iç gerilimlerin oluşması ve su difüzyonunu takiben intergranüler bağların zayıflayarak moleküller arasında kırılmalara neden olması ile açıklanmıştır. Bu çalışmanın aksine, çalışmamızda yaşlanmanın yüzey pürüzlülüğüne herhangi bir etkisi bulunmamıştır. Bu iki çalışmanın arasındaki farkın nedeni, çalışmamızda uygulanan yaşlandırma süresinin ve otoklav basıncının daha az olması olabilir.

Kohorst ve ark.'nın (17) aynı çalışmalarında yüzey işlemi uygulanmamış 3Y-TZP örneklerin monoklinik faz içeriği, 5 saatlik otoklav yaşlandırmasının sonunda yaklaşık %40'ın üzerinde bulunmuştur. Ayrıca yaşlandırma sırasında örneklerde ilk 16 saatte belirgin bir monoklinik faz artışı gerçekleşmiş ve yaşlanma devam ettikçe %70-75 seviyelerinde belirgin bir doygunluk ile çok daha yavaş artmaya başlamıştır. Yapılan çalışmada bunun nedeninin, ilave dönüşümü engelleyen internal streslerin birikmesi ve dönüştürülemeyen rezidüel kübik fazın varlığı olabileceği belirtilmiştir. Bulunan bu değerlerin bizim çalışmamızdan farklı çıkmasının sebebi kullanılan zirkonya materyallerinin kimyasal

kompozisyonlarının ve tanecik büyüklüklerinin ve/veya otoklav basıncının birbirinden farklı olması olabilir.

Yapmış olduğumuz bu çalışmada kontrol ve sinterleme öncesinde kumlanan gruplarda, 134 °C'de, 2 bar basınç altında 5 saat süre ile yapılan yaşlandırma işlemi sonrasında yaklaşık %25 oranında faz dönüşümü gerçekleştiği görülmüştür. Çalışmamızda ayrıca sinterlemeden sonra yapılan kumlama işlemi ile faz dönüşüm hızının azaldığı tespit edilmiştir. Bu bulgu, yapılan yüzey işlemi ile yaşlanmaya direncin arttığı anlamına gelmektedir. Buna benzer bir sonuç Inokoshi ve ark.'nın (140) farklı zirkonya materyallerine kumlama işlemi yaptıkları çalışmada da gösterilmiştir. Araştırmacılar yüzey işlemlerinin bu etkisini yüzey tabakasında oluşan kompresif streslere ve “ferroelastic domain switching” etkisine bağlamışlardır.

Eğilmez ve ark. (289) 5 saat yaşlandırma sonrasında hiçbir işlem uygulamadıkları örneklerde, yaklaşık %21 oranında monolitik hacim fraksiyonu tespit etmişlerdir ve eğilme dayanımında herhangi bir düşme gözlemlememişlerdir. Sim ve ark. (311), Katana zirkonya kullandıkları çalışmalarında, 5 saat otoklav yaşlandırması uyguladıkları kontrol grubunun yaklaşık %18 göreceli monoklinik faz oranı (X_m) içerdiğini bulmuşlardır. Her iki çalışmada da tespit edilen monoklinik faz içeriği, bizim çalışmamızda yaşlandırılan kontrol grubu örneklerinde tespit edilen değer (%22-23) ile benzer seviyededir. Ayrıca yüzey işlemi uyguladıkları gruplarda yaşlanmaya bağlı faz dönüşüm hızı, yine çalışmamızla benzer olarak daha düşük bulunmuştur.

Zhang ve Lawn (312), zirkonyanın uzun dönem performansını inceledikleri çalışmalarında, kumlama ile oluşmuş keskin kenarlı yüzey kusurlarının uzun dönemde dögüsel şartlar altında hafif kuvvetlerde bile başarısızlığa yol açabileceğini bildirmişlerdir. Kosmac ve ark. (188), nemli ortamdaki termal ve mekanik yaşlandırma ile uzun dönemde yüzey kusurlarının stresin yoğunlaştığı bölgeler haline gelebileceğini belirtmişlerdir.

Borchers ve ark. (313), Y-TZP seramiği çeşitli termal ve yükleme şartları altında incelemiştir. Araştırmacıların bulgularına göre farklı gruplar arasındaki monoklinik faz oranları değişiklik göstermesine rağmen, biaksiyal eğilme dayanımı değerleri birbirine benzerdir. Bu çalışmada, bu iki değişken arasındaki korelasyon eksikliğinin transformasyon tabakasının materyalin bütününe etkileyecek şekilde derin olmaması ile ilişkili olduğu bildirilmiştir. Benzer şekilde yapmış olduğumuz çalışmada otoklav yaşlandırmasından sonra

faz dönüşümü değerleri artmış olmasına rağmen eğilme dayanımında önemli bir azalma gözlenmemiştir.

Wille ve ark. (10), bizim çalışmamızda da kullanmış olduğumuz Katana ML zirkonyanın farklı renk tabakalarının 3 top üzerinde piston tekniği ile eğilme dayanımını ve faz dönüşümü oranını inceledikleri çalışmalarında, 20 saate kadar uygulanan yaşlanma prosedürlerinin eğilme dayanımı üzerinde bir fark yaratmadığını bulmuşlardır. Zirkonyanın çeşitli katmanlarındaki eğilme dayanımı değerlerinin birbirinden istatistiksel olarak anlamlı farklılıklar içerdiği bulunmuştur. Çalışma ayrıca incelenen tüm gruplarda, yaşlanma ile büyük oranda faz dönüşümü gerçekleştiğini göstermiştir. Katana ML'nin mine ve gövde tabakaları, tüm grupların arasında en çok faz dönüşümü gösteren gruplardır. Bu tabakalarda 5 saatlik yaşlandırma sonucunda yaklaşık %20-25 oranında monoklinik faz içeriği tespit edilmiştir. Bu değerler çalışmamızda elde ettiğimiz değerler ile uyumludur. Araştırmacılar tabakalar arasında görülen farkların, renklendirme amacıyla yapıya katılan metal oksitlerden kaynaklanmış olabileceğini belirtmişlerdir.

Flinn ve ark. (267) Katana ML kullandıkları çalışmalarında, örnekleri otoklavda 134 °C'de ve 2 bar basınç altında 5, 50, 100 ve 200 saat hidrotermal yaşlandırmaya maruz bırakmışlardır. Araştırmacılar yaşlandırma uygulamasının bizim çalışmamızdaki sonuçlara benzer olarak, eğilme dayanımını düşürmediğini belirtmişlerdir. Çalışmamız ile aynı materyali kullanan Flinn ve ark. (267), kontrol grubunda 800-900 MPa arasında, Wille ve ark. (10), yaklaşık 1000 MPa civarında eğilme dayanımı tespit etmişlerdir. Benzer olarak çalışmamızdaki yaşlandırılmamış kontrol grubunun ortalama eğilme dayanımı değeri $904,23 \pm 108,12$ bulunmuştur.

Mota ve ark. (296), otoklav yaşlandırması ve yorulma testlerinden sonra zirkonyanın faz transformasyonunu ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Araştırmacılar iki farklı zirkonya kullanmış olup bunlardan bir tanesi translüsent özelliktedir. Bu çalışmada 24 saat otoklav yaşlandırmasından sonra bile, zirkonya tipinden bağımsız olarak biaksiyal eğilme dayanımının istatistiksel olarak önemli ölçüde arttığı rapor edilmiştir. Her iki zirkonya materyalinde otoklav yaşlandırması hem tek başına hem de mekanik yaşlandırmayla beraber uygulandığında çok yüksek oranlarda monoklinik faz bulunmuştur (%66-71). Araştırmacılar eğilme dayanımında azalma tespit etmemelerinin nedenini, ölçtükleri monoklinik faz miktarı her ne kadar yüksek olsa da bu seviyenin dayanımı azaltacak yeterliliğe sahip olmamasına bağlamışlardır. Çalışmamızda Mota ve ark.'nın (296) çalışmasıyla uyumlu

olarak otoklav yaşlandırması, eğilme dayanımı değerlerini arttırıcı bir etki oluşturmuştur. Sinterlemeden önce 10 saniye ve 20 saniye kumlama uygulanan ve yaşlandırılmış gruplar, aynı kumlama ve sinterleme protokollerinin yaşlandırılmamış gruplarıyla kıyaslandığında dikkate değer şekilde daha fazla eğilme dayanımı değerleri göstermiştir. Ancak kontrol ve sinterleme sonrasında kumlama uygulanan gruplarda yaşlandırma sonrası bulunan fark istatistiksel olarak anlamlı değildir. Bunun nedeni presinterize aşamada yapılan kumlama ile yüzey pürüzlülüğünün artması ve bu nedenle daha fazla yüzey alanının, dayanımda arttırıcı etkiye sahip olduğu düşünülen faz dönüşümüne uğraması olabilir. Çalışmada kullanılan tüm örneklerin eğilme dayanımında, yaşlandırma ile bir azalma görülmemesinin sebebi ise bulunan faz dönüşümünün yüzeyde lokalize olması ve yaşlandırmanın materyalin bütününe etki etmemesi ile açıklanabilir. Ayrıca güncel zirkonya materyallerindeki üretim tekniklerinin gelişmiş olması da bu durumun başka bir açıklaması olabilir. Ancak daha uzun süre yaşlandırma uygulayan Kohorst ve ark. (17) otoklav yaşlandırmasının ilk 16 saatinde, eğilme dayanımında yaklaşık %30'luk bir azalma tespit etmişlerdir. Eğilme dayanımının bu hızlı düşüşün ardından ileri yaşlandırma prosedürü boyunca yüksek bir değerde neredeyse hiç değişmeden kaldığı gözlenmiştir.

Bu çalışmada sadece tek tipte zirkonya materyali kullanılmıştır. Zirkonya materyalleri çoğunlukla benzer içeriklere sahip olmalarına rağmen gren boyutları ve sinterleme sıcaklıkları bakımından farklılıklar göstermektedirler. Özellikle sinterleme dereceleri mikroyapıyı, materyalin ömrünü, hidrolitik performansı ve yorulma direncini etkileyebilmektedir (314). Zirkonyada gren boyutunun artması Y-TZP'nin stabilitesini etkileyerek spontan faz dönüşümüne ve çatlak oluşuma neden olabilmektedir. 1 μm altındaki gren boyutları düşük transformasyon hızı ile ilişkilirken, yaklaşık 0,2 μm 'nin altındaki gren boyutları ile transformasyon mümkün olmamaktadır (57). Ayrıca zirkonyanın özellikleri zirkonya oksit tozunun saflığı, üretim tekniği, yttrium oksitin homojen dağılımı ve doğru konsantrasyonu ile ilişkilidir (279). Bu nedenlerden dolayı yapılan yüzey ve yaşlandırma işlemleri sonrasında gren boyutlarının değerlendirildiği ve farklı zirkonya materyalleri ile yapılan çalışmalara ihtiyaç vardır.

Bu çalışma in-vitro koşullarda yapılmıştır. İn-vitro koşullarda yapılan yapay yaşlandırma işlemlerinin ağız ortamını tamamen yansıtmaması mümkün değildir. Çalışmada sadece hidrotermal yaşlanmanın etkilerine odaklanılmış olup herhangi bir mekanik yükleme uygulanmamıştır. Cotes ve ark.'nın (315) yaptıkları çalışmaya göre mekanik yüklemeler

materyalin dayanımında önemli bir etkiye sahip bulunmuştur. Bu sebeple ileriki çalışmalarda otoklav yaşlandırmasının mekanik yüklemeye ile kombine kullanımının etkisini inceleyen çalışmalar yararlı olacaktır. Ayrıca çalışmada disk şekilli örnekler kullanılmıştır ve bu da ağızdaki kron veya köprü restorasyonlarının geometrik olmayan şekillerini taklit edememektedir. Bu çalışmada kullanılan parametrelerin sonuçlarını daha iyi anlamak için in-vivo koşullarda uzun dönem yapılacak çalışmalar gerekmektedir.

Çalışmamızda yalnızca sinterleme öncesi kumlanan örneklerin eğilme dayanımı önemli derecede azalmıştır. Ancak partikül boyutu, basınç, süre ve mesafe gibi kumlama parametreleri değiştirilerek yapılacak ileri çalışmalara ihtiyaç vardır. Ayrıca sinterleme öncesi yapılan kumlama işlemi hakkındaki mevcut literatür bilgi yetersizdir ve bu uygulamanın etkileri daha fazla çalışma ile desteklenmelidir.

6. SONUÇ VE ÖNERİLER

Farklı kumlama ve sinterleme protokollerinin ve otoklav yaşlandırmasının monolitik zirkonyanın yüzey pürüzlülüğü, faz dönüşümü ve eğilme dayanımı üzerine etkilerini inceleyen bu in-vitro çalışmanın limitasyonları dahilinde aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir;

1. Bütün yüzey işlemleri protokolleri kontrol grubuna göre yüzey pürüzlülüğü değerlerini önemli ölçüde arttırmıştır. Kumlama işleminin sinterleme aşamasından önce uygulanması zirkonyanın yüzey pürüzlülüğünü önemli ölçüde arttırmıştır. Yaşlandırma işleminin ise yüzey pürüzlülüğünü etkilemediği görülmüştür.

2. Pre-sinterize aşamada kumlama uygulanan örneklerde, sinterleme işlemi sonrasında yapının neredeyse tamamının tetragonal fazdan oluştuğu tespit edilmiştir. Yaşlandırma işlemi ile bütün gruplarda monoklinik faz seviyelerinde önemli ölçüde artış görülmüştür. Sinterleme sonrasında uygulanan kumlama işlemi tetragonal-monoklinik faz dönüşümü hızını azaltarak yaşlanma direncini arttırmıştır.

3. Sinterleme işlemi öncesi kumlama yapılan örneklerde eğilme dayanımı önemli ölçüde azalırken, sinterleme sonrası kumlama işlemi ile eğilme dayanımı önemli ölçüde artmıştır. Hem önce hem de sonra yapılan kumlama işlemi neticesinde ise eğilme dayanımında bir azalma görülmemiştir. Ayrıca, yaşlandırma prosedürünün de eğilme dayanımına olumsuz bir etkisi olmadığı görülmüştür.

Bu çalışmada elde edilen sonuçlar neticesinde pre-sinterize aşamada uygulanan kumlama işlemi eğilme dayanımında önemli ölçüde azalmaya neden olduğu için klinik olarak kullanımı önerilmemektedir. Sinterleme işleminden önce ve sonra kombine olarak uygulanan kumlama protokolü ise yüzey pürüzlülüğü değerlerini arttırırken, eğilme dayanımında azalmaya sebep olmamıştır. Bu yüzden monolitik zirkonyada yüzey işlemi olarak kullanılması açısından ümit verici bulunmuştur. Yine de bu konuyu inceleyen daha fazla çalışmaya ihtiyaç vardır.

KAYNAKLAR

1. Kaimal A, Ramdev P, Shruthi C. Evaluation of effect of zirconia surface treatment, using plasma of argon and silane, on the shear bond strength of two composite resin cements. *J Clin Diagn Res.* 2017; 11(8): 39-43.
2. Bokhimi X, Morales A, Garcia-Ruiz A, Xiao T, Chen H, Strutt P. Transformation of yttrium-doped hydrated zirconium into tetragonal and cubic nanocrystalline zirconia. *J Solid State Chem.* 1999; 142(2): 409-18.
3. Bona A, Pecho O, Alessandretti R. Zirconia as a dental biomaterial. *Materials.* 2015; 8(8): 4978-91.
4. Lee S-Y, Kim H, McIntyre PC, Saraswat KC, Byun J-S. Atomic layer deposition of ZrO₂ on W for metal-insulator-metal capacitor application. *Appl Phys Lett.* 2003; 82(17): 2874-6.
5. Garvie R, Hannink R, Pascoe R. Ceramic steel? *Nature.* 1975; 258(5537): 703.
6. Ma L, Guess PC, Zhang Y. Load-bearing properties of minimal-invasive monolithic lithium disilicate and zirconia occlusal onlays: finite element and theoretical analyses. *Dent Mater.* 2013; 29(7): 742-51.
7. Sailer I, Pjetursson BE, Zwahlen M, Hämmerle CH. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part II: fixed dental prostheses. *Clin Oral Implants Res.* 2007; 18: 86-96.
8. Sailer I, Gottner J, Känel S, Franz Hämmerle CH. Randomized controlled clinical trial of zirconia-ceramic and metal-ceramic posterior fixed dental prostheses: a 3-year follow-up. *Int J Prosthodont.* 2009; 22(6): 553.
9. Silva LHd, Miranda RBdP, Favero SS, Lohbauer U, Cesar PF. Dental ceramics: a review of new materials and processing methods. *Braz Oral Res.* 2017; 31: 58
10. Wille S, Zumstrull P, Kaidas V, Jessen LK, Kern M. Low temperature degradation of single layers of multilayered zirconia in comparison to conventional unshaded zirconia: phase transformation and flexural strength. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018; 77: 171-5.

11. de Mello CC, Bitencourt SB, dos Santos DM, Pesqueira AA, Pellizzer EP, Goiato MC. The effect of surface treatment on shear bond strength between Y-TZP and veneer ceramic: A systematic review and meta-analysis. *J Prosthodont.* 2018; 27(7): 624-35.
12. Studart AR, Filser F, Kocher P, Gauckler LJ. Fatigue of zirconia under cyclic loading in water and its implications for the design of dental bridges. *Dent Mater.* 2007; 23(1): 106-14.
13. Hondrum SO. A review of the strength properties of dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 1992; 67(6): 859-65.
14. Kosmač T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater.* 1999; 15(6): 426-33.
15. Chintapalli RK, Rodriguez AM, Marro FG, Anglada M. Effect of sandblasting and residual stress on strength of zirconia for restorative dentistry applications. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2014; 29: 126-37.
16. Deville S, Chevalier J, Dauvergne C, Fantozzi G, Bartolomé JF, Moya JS, et al. Microstructural Investigation of the Aging Behavior of (3Y-TZP)-Al₂O₃ Composites. *J Am Ceram Soc.* 2005; 88(5): 1273-80.
17. Kohorst P, Borchers L, Stempel J, Stiesch M, Hassel T, Bach F-W, et al. Low-temperature degradation of different zirconia ceramics for dental applications. *Acta Biomater.* 2012; 8(3): 1213-20.
18. Yavuzyılmaz H, Turhan B, Bavbek B, Kurt E. Tam porselen sistemleri I. *GÜ Dişhek Fak Derg.* 2005; 22(1): 41-8.
19. Ubassy G. Shape and color: the key to successful ceramic restorations: Quintessence Pub Co; 1993.
20. Nayır E. Dişhekimliği Maddeler Bilgisi, İstanbul Üniversitesi Dişhekimliği Fakültesi Yayınları, 7. Baskı, İstanbul. 1999.
21. Coşkun A, Yaluğ S. Metal desteksiz porselen sistemleri. *CÜ Dişhekimliği Fakültesi Dergisi.* 2002; 5(2): 97-102.
22. Van Noort R. Introduction to Dental Materials. Edinburg, London, New York. Oxford, Philadelphia, St. Louis, Sydney, Toronto: Mosby Elsevier; 2. Edition. 2002.

23. Contemporary Esthetic Dentistry: Practice Fundamentals. Chapter 6: Esthetic ceramic restorative materials and techniques, Quintessence Pub Co, Inc, Tokyo. 1994.
24. Rajeev K. All ceramic system to mask gingival discolouration-a case report. J Pierre Fauchard Acad (India Section). 2011; 25(1): 70-2.
25. Fairhurst C. Dental ceramics: The state of the science. Adv Dent Res. 1992; 6(1): 78-81.
26. McLean JW. Evolution of dental ceramics in the twentieth century. J Prosthet Dent. 2001; 85(1): 61-6.
27. Williams HA. The science and art of dental ceramics: The nature of dental ceramics and their clinical use.(Vol. 1). John W. McLean, OBED SC., MDS (University of London) LDSRCS (England). Chicago, 1979, Quintessence Publishing Co., Inc., Mosby; 1980.
28. O'Brien WJ. Dental Materials and Their Selection (Second Edition), Quintessence Books, Chicago. 1997.
29. Johnston JF, Phillips RW, Dykema RW. Modern practice in crown and bridge prosthodontics: WB Saunders Company; 1971.
30. Zaimođlu A, Can G, Ersoy E, Aksu L. Diř hekimliđinde maddeler bilgisi. 17. baskı. AÜ Diř Hekimliđi Fakóltesi Yayınları, 17; 1993: 183-223.
31. Naylor WP, Kessler JC, King AH. Introduction to Metal Ceramic Technology. Chicago, Quintessence Pub. Co. Inc. 1992.
32. Van Noort R. Introduction to dental materials. Edinburg, London, New York. Oxford, Philadelphia, St. Louis, Sydney, Toronto: Mosby Elsevier; 2007.
33. Bonsor SJ, Pearson G. A clinical guide to applied dental materials: Elsevier Health Sciences; 2012.
34. Yöndem İ. Farklı yüzey bitirme işlemlerinin metal desteksiz seramik restorasyonlarda yüzey pürüzlülüđü ve kırılma dayanımları üzerindeki etkisinin karşılařtırılmal olarak incelenmesi: Selçuk Üniversitesi Sađlık Bilimleri Enstitüsü; 2006.
35. El-Mowafy O, Brochu JF. Longevity and clinical performance of IPS-Empress ceramic restorations--a literature review. J Can Dent Assoc. 2002; 68(4): 233-7.
36. Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Biaxial flexural strength, elastic moduli, and x-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic materials. J Prosthet Dent. 2003; 89(4): 374-80.

37. Conrad HJ, Seong W-J, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *J Prosthetic Dent.* 2007; 98(5): 389-404.
38. Bultan Ö, Öngül D, Türkoğlu P. Zirkonyanın mikroyapılarına ve üretim şekillerine göre sınıflandırılması. *İstanbul Üniversitesi Dişhekimliği Fakültesi Dergisi.* 2010; 44(3): 197-204.
39. Karakoca DS, Yılmaz H. Zirkonyum ve sabit protezlerde kullanımı. *Atatürk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi. Atatürk Üniv. Diş Hek. Fak. Derg.* 2006; 36-44.
40. Kırmalı Ö, Özdemir, A.K. . Zirkonya esaslı seramikler. *İnönü Üniversitesi Sağlık Bilimleri Dergisi.* 2012; 2: 15-8.
41. Ak L. Zirkonyum ve Hafniyum. *Dental Laboratuvar.* 2005; 4: 25-30.
42. Elyutin V, Pavlov Y, Levin B, Alekseev E. Ferroalaşımların İstihali Elektrometalurji. *İstanbul Teknik Üniversitesi Kütüphanesi.* 1968: 104-75.
43. Varol M, Güncü MB, Aktaş G, Canay Ş. Diş Hekimliği Pratiğinde Zirkonyum ve Uygulamalarına Panoromik Bakış. *Atatürk Üniv Diş Hek Fak Derg.* 2016; 26(3): 534-41.
44. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials.* 1999; 20(1): 1-25.
45. Helmer J, Driskell T. Research on Bioceramics: Symposium on Use of Ceramics as Surgical Implants. South Carolina: Clemson University. 1969.
46. Christel P, Meunier A, Dorlot JM, Crolet JM, Witvoet J, Sedel L, et al. Biomechanical compatibility and design of ceramic implants for orthopedic surgery. *Ann N Y Acad Sci.* 1988; 523(1): 234-56.
47. Garvie RC, Nicholson PS. Phase analysis in zirconia systems. *J Am Ceram Soc.* 1972; 55(6): 303-5.
48. Christel P, Meunier A, Heller M, Torre J, Peille C. Mechanical properties and short-term in vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res.* 1989; 23(1): 45-61.
49. Hayashi K, Matsuguchi N, Uenoyama K, Sugioka Y. Re-evaluation of the biocompatibility of bioinert ceramics in vivo. *Biomaterials.* 1992; 13(4): 195-200.

50. Taira M, Nomura Y, Wakasa K, Yamaki M, Matsui A. Studies on fracture toughness of dental ceramics. *J Oral Rehabil.* 1990; 17(6): 551-63.
51. Lawson S. Environmental degradation of zirconia ceramics. *J Eur Ceram Soc.* 1995; 15(6): 485-502.
52. Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials.* 2006; 27(4): 535-43.
53. Chevalier J, Gremillard L, Deville S. Low-temperature degradation of zirconia and implications for biomedical implants. *Annu Rev Mater Res.* 2007; 37: 1-32.
54. Besimo C, Spielmann H, Rohner H. Computer-assisted generation of all-ceramic crowns and fixed partial dentures. *Int J Comput Dent.* 2001; 4(4): 243-62.
55. Edelhoff D, Sorensen J. Retention of selected core materials to zirconia posts. *Oper Dent.* 2002; 27(5): 455-61.
56. Akagawa Y, Hosokawa R, Sato Y, Kamayama K. Comparison between freestanding and tooth-connected partially stabilized zirconia implants after two years' function in monkeys: a clinical and histologic study. *J Prosthet Dent.* 1998; 80(5): 551-8.
57. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater.* 2008; 24(3): 299-307.
58. Sundh A, Sjögren G. Fracture resistance of all-ceramic zirconia bridges with differing phase stabilizers and quality of sintering. *Dent Mater.* 2006; 22(8): 778-84.
59. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater.* 2004; 20(5): 449-56.
60. Ardlin BI. Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. *Dent Mater.* 2002; 18(8): 590-5.
61. Papanagiotou HP, Morgano SM, Giordano RA, Pober R. In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 2006; 96(3): 154-64.

62. Plengsombut K, Brewer JD, Monaco Jr EA, Davis EL. Effect of two connector designs on the fracture resistance of all-ceramic core materials for fixed dental prostheses. *J Prosthet Dent.* 2009; 101(3): 166-73.
63. Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet Dent.* 2009; 4(2): 130-51
64. Chevalier J, Deville S, Münch E, Jullian R, Lair F. Critical effect of cubic phase on aging in 3 mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. *Biomaterials.* 2004; 25(24): 5539-45.
65. Lorente MC, Scherrer SS, Richard J, Demellayer R, Amez-Droz M, Wiskott HA. Surface roughness and EDS characterization of a Y-TZP dental ceramic treated with the CoJet™ Sand. *Dent Mater.* 2010; 26(11): 1035-42.
66. Zhang Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dent Mater.* 2014; 30(10): 1195-203.
67. Chevalier J, Loh J, Gremillard L, Meille S, Adolfson E. Low-temperature degradation in zirconia with a porous surface. *Acta Biomater.* 2011; 7(7): 2986-93.
68. Kim J-W, Covell N, Guess P, Rekow E, Zhang Y. Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia. *J Dent Res.* 2010; 89(1): 91-5.
69. Sax C, Hämmerle C, Sailer I. 10-year clinical outcomes of fixed dental prostheses with zirconia frameworks. *Int J Comput Dent.* 2011; 14(3): 183-202.
70. Agustín-Panadero R, Román-Rodríguez JL, Ferreiroa A, Solá-Ruiz MF, Fons-Font A. Zirconia in fixed prosthesis. A literature review. *J Clin Exp Dent.* 2014; 6(1): 66.
71. Zhang Y, Lee JJ-W, Srikanth R, Lawn BR. Edge chipping and flexural resistance of monolithic ceramics. *Dent Mater.* 2013; 29(12): 1201-8.
72. Griffin JJ. Combining monolithic zirconia crowns, digital impressioning, and regenerative cement for a predictable restorative alternative to PFM. *Compend Contin Educ Dent.* 2013; 34(3): 212-22.
73. Molin M, Karlsson S. The fit of gold inlays and three ceramic inlay systems: A clinical and in vitro study. *Acta Odontol Scand.* 1993; 51(4): 201-6.

74. Edelhoff D, Spiekermann H, Yildirim M. Metal-free inlay-retained fixed partial dentures. *Quintessence Int.* 2001; 32(4): 269-81
75. Wolfart S, Ludwig K, Uphaus A, Kern M. Fracture strength of all-ceramic posterior inlay-retained fixed partial dentures. *Dent Mater.* 2007; 23(12): 1513-20.
76. Puschmann D, Wolfart S, Ludwig K, Kern M. Load-bearing capacity of all-ceramic posterior inlay-retained fixed dental prostheses. *Eur J Oral Sci.* 2009; 117(3): 312-8.
77. Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater.* 2011; 27(1): 71-82.
78. Jevnikar P, Krnel K, Kocjan A, Funduk N, Kosmač T. The effect of nano-structured alumina coating on resin-bond strength to zirconia ceramics. *Dental Mater.* 2010; 26(7): 688-96.
79. Roediger M, Gersdorff N, Huels A, Rinke S. Prospective evaluation of zirconia posterior fixed partial dentures: four-year clinical results. *Int J Prosthodont.* 2010; 23(2): 141-9
80. Re D, Augusti D, Augusti G, Giovannetti A. Early bond strength to low-pressure sandblasted zirconia: evaluation of a self-adhesive cement. *Eur J Esthet Dent.* 2012; 7(2): 164-75.
81. Meyenberg KH, Lüthy H, Schärer P. Zirconia posts: a new all-ceramic concept for nonvital abutment teeth. *J Esthet Restor Dent.* 1995; 7(2): 73-80.
82. Al-Thobity A. Clinical Outcomes of Zirconium-Oxide Posts: Up-to-Date Systematic Review. *Compend Contin Educ Dent.* 2016; 37(6): 17-20.
83. Xible AA, de Jesus Tavarez RR, de Araujo CdRP, Bonachela WC. Effect of silica coating and silanization on flexural and composite-resin bond strengths of zirconia posts: An in vitro study. *J Prosthet Dent.* 2006; 95(3): 224-9.
84. Özkurt Z, Iseri U, Kazazoglu E. Zirconia ceramic post systems: a literature review and a case report. *Dent Mater J.* 2010; 29(3), <https://doi.org/10.4012/dmj.2009-128>
85. Fernandes AS, Dessai GS. Factors affecting the fracture resistance of post-core reconstructed teeth: a review. *Int J Prosthodont.* 2001; 14(4): 355-63

86. Bressan E, Paniz G, Lops D, Corazza B, Romeo E, Favero G. Influence of abutment material on the gingival color of implant-supported all-ceramic restorations: a prospective multicenter study. *Clin Oral Implants Res.* 2011; 22(6): 631-7.
87. Jung RE, Sailer I, Hammerle C, Attin T, Schmidlin P. In vitro color changes of soft tissues caused by restorative materials. *Int J Periodontics Restorative Dent.* 2007; 27(3): 251.
88. Sailer I, Zembic A, Jung RE, Hämmerle CHF, Mattiola A. Single-Tooth Implant Reconstructions: Esthetics Factors Influencing the Decision Between Titanium and Zirconia Abutments in Anterior Regions. *Eur J Esthet Dent.* 2007; 2(3): 296-310
89. Glauser R, Sailer I, Wohlwend A, Studer S, Schibli M, Schärer P. Experimental zirconia abutments for implant-supported single-tooth restorations in esthetically demanding regions: 4-year results of a prospective clinical study. *Int J Prosthodont.* 2004; 17(3): 285-90
90. Chevalier J, Olagnon C, Fantozzi G, Galès B. Crack propagation behavior of Y-TZP ceramics. *J Am Ceram Soc.* 1995; 78(7): 1889-94.
91. Chevalier J, Olagnon C, Fantozzi G. Crack propagation and fatigue in zirconia-based composites. *Compos Part A Appl Sci Manuf.* 1999; 30(4): 525-30.
92. Gehrke P, Johansson D, Fischer C, Stawarczyk B, Beuer F. In vitro fatigue and fracture resistance of one-and two-piece CAD/CAM zirconia implant abutments. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2015; 30(3): 546-54
93. Gehrke P, Alius J, Fischer C, Erdelt KJ, Beuer F. Retentive strength of two-piece CAD/CAM zirconia implant abutments. *Clin Implant Dent Relat Res.* 2014; 16(6): 920-5.
94. Aydin C, Yilmaz H, Ata SO. Single-tooth zirconia implant located in anterior maxilla. A clinical report. *N Y State Dent J.* 2010; 76(1): 30-3.
95. Sennerby L, Dasmah A, Larsson B, Iverhed M. Bone tissue responses to surface-modified zirconia implants: a histomorphometric and removal torque study in the rabbit. *Clin Implant Dent Relat Res.* 2005; 7: 13-20.

96. Gahlert M, Gudehus T, Eichhorn S, Steinhauser E, Kniha H, Erhardt W. Biomechanical and histomorphometric comparison between zirconia implants with varying surface textures and a titanium implant in the maxilla of miniature pigs. *Clin Oral Implants Res.* 2007; 18(5): 662-8.
97. Kohal RJ, Wolkewitz M, Hinze M, Han JS, Bächle M, Butz F. Biomechanical and histological behavior of zirconia implants: an experiment in the rat. *Clin Oral Implants Res.* 2009; 20(4): 333-9.
98. Gahlert M, Burtscher D, Grunert I, Kniha H, Steinhauser E. Failure analysis of fractured dental zirconia implants. *Clin Oral Implants Res.* 2012; 23(3): 287-93.
99. Andreiotelli M, Wenz HJ, Kohal RJ. Are ceramic implants a viable alternative to titanium implants? A systematic literature review. *Clin Oral Implants Res.* 2009; 20: 32-47.
100. Kohal RJ, Att W, Bächle M, Butz F. Ceramic abutments and ceramic oral implants. An update. *Periodontol 2000.* 2008; 47(1): 224-43.
101. Kohal RJ, Weng D, Bächle M, Strub JR. Loaded custom-made zirconia and titanium implants show similar osseointegration: an animal experiment. *J Periodontol.* 2004; 75(9): 1262-8.
102. Cionca N, Müller N, Mombelli A. Two-piece zirconia implants supporting all-ceramic crowns: a prospective clinical study. *Clin Oral Implants Res.* 2015; 26(4): 413-8.
103. Nevins M, Nevins ML, Kim DM, Schupbach P, Camelo M. Pilot clinical and histologic evaluations of a two-piece zirconia implant. *Int J Periodontics Restorative Dent.* 2011; 31(2): 157-63
104. Payer M, Heschl A, Koller M, Arnetzl G, Lorenzoni M, Jakse N. All-ceramic restoration of zirconia two-piece implants—a randomized controlled clinical trial. *Clin Oral Implants Res.* 2015; 26(4): 371-6.
105. Varol M, Güncü MB, Aktaş G, Canay MŞ. Diş Hekimliği Pratiğinde Zirkonyum ve Uygulamalarına Panoramik Bakış. *Atatürk Üniv Diş Hek Fak Derg.* 2016; 26(3): 534-41.
106. Cales B. Zirconia as a sliding material: histologic, laboratory, and clinical data. *Clin Orthop Relat Res.* 2000; 379: 94-112.

107. Fischer-Brandies E, Pratzel H, Wendt T. Radioactive burden resulting from zirconia implants. *Dtsch Zahnarzl Z.* 1991; 46(10): 688-90.
108. Capannesi G, Sedda A, Piconi C, Greco F. Radioactivity measurements of zirconia powders. *Bioceramics and the human body*: Springer; 1992. p. 211-6.
109. Porstendörfer J, Reineking A, Willert HG. Radiation risk estimation based on activity measurements of zirconium oxide implants. *J Biomed Mater Res.* 1996; 32(4): 663-7.
110. Heindl R, Cales B. Radioactivity of zirconia ceramics used for femoral heads. *Trans 4th World Biomaterials Congress Berlin, Germany*; 1992.
111. Owen S. *Application of Transformation-Toughened Zirconia Ceramics as Bioceramics* [thesis]. Sydney: University of New South Wales. 1995.
112. ISO 13356. *Implants for surgery-ceramic materials based on yttria stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP)*. Geneva: International Standardization Organization; 1997
113. Cales B, Stefani Y. Yttria-stabilized zirconia for improved orthopedic prostheses. *Encyclopedic Handbook of Biomaterials and Bioengineering* New York: Marcel Dekker. 1995: 415-52.
114. Covacci V, Bruzzese N, Maccauro G, Andreassi C, Ricci G, Piconi C, et al. In vitro evaluation of the mutagenic and carcinogenic power of high purity zirconia ceramic. *Biomaterials.* 1999; 20(4): 371-6.
115. Satoh Y, Niwa S. *Tissue-Biomaterial Interface Characteristics of Zirconia Ceramics*. *Bioceramics 3*. Terre Haute (Indiana, USA): Rose Hulman Institute of Technology Publ., 1990; 101-8.
116. Wang F, Takahashi H, Iwasaki N. Translucency of dental ceramics with different thicknesses. *J Prosthet Dent.* 2013; 110(1): 14-20.
117. Guess PC. Effect of veneering techniques on damage and reliability of Y-TZP trilayers. *Eur J Esthet Dent.* 2009; 4(3): 262-76
118. Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: core materials. *J Prosthet Dent.* 2002; 88(1): 4-9.
119. Herrguth M, Wichmann M, Reich S. The aesthetics of all-ceramic veneered and monolithic CAD/CAM crowns. *J Oral Rehabil.* 2005; 32(10): 747-52.

120. Behrens A, Reusch B, Hauptmann H. Fracture strength of colored versus uncolored zirconia specimens. Proceedings 82nd IADR. HI, USA 10-13 March 2004 (Abstract 0243).
121. Heffernan MJ, Aquilino SA, Diaz-Arnold AM, Haselton DR, Stanford CM, Vargas MA. Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II: core and veneer materials. *J Prosthet Dent.* 2002; 88(1): 10-5.
122. Çelik M, Bural C, Bayrakdar G. Diş Hekimliğinde Zirkonya Uygulamaları. *Atatürk Üniv Diş Hek Fak Derg.* 2014; 8: 106-16.
123. Parker RM. Use of zirconia in restorative dentistry. *Dent Today.* 2007; 26(3): 114, 6, 8.
124. Della Bona A. Bonding to ceramics: scientific evidences for clinical dentistry: *Artes Médicas;* 2009.
125. Worrall D. Clays and ceramic raw materials: Springer Science & Business Media; 1986.
126. McLaren EA, Giordano RA. Zirconia-based ceramics: material properties, esthetics and layering techniques of a new veneering porcelain, VM9. *Quintessence Dent Technol.* 2005; 28: 99-111.
127. Kelly JR. Dental ceramics: current thinking and trends. *Dent Clin North Am.* 2004; 48(2): 513-30.
128. Yılmaz Ş. YSZ esaslı mühendislik seramiklerinin enjeksiyon döküm yöntemiyle üretim süreçlerinin incelenmesi. İstanbul. İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek lisans tezi. 2000.
129. Luthardt R, Holzhüter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp J, Kuhlisch E, et al. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. *J Dent Res.* 2002; 81(7): 487-91.
130. Okutan Y, Yucel MT. Effect of surface treatments and aging on phase transformation and flexural strength of different Y-TZP ceramics. *Int J Appl Ceram Tec.* <https://doi.org/10.1111/ijac.13238>
131. Witek S, Butler E. Zirconia particle coarsening and the effects of zirconia additions on the mechanical properties of certain commercial aluminas. *J Am Ceram Soc.* 1986; 69(7): 523-9.

132. Heuer AH. Transformation toughening in ZrO₂-containing ceramics. *J Am Ceram Soc.* 1987; 70(10): 689-98.
133. Sato T, Shimada M. Transformation of yttria-doped tetragonal ZrO₂ polycrystals by annealing in water. *J Am Ceram Soc.* 1985; 68(6): 356-.
134. Yoshimura M, Noma T, Kawabata K, Sōmiya S. Role of H₂O on the degradation process of Y-TZP. *Hydrothermal Reactions for Materials Science and Engineering*: 1989; Springer: 396-8.
135. Chevalier J, Cales B, Drouin JM. Low-temperature aging of Y-TZP ceramics. *J Am Ceram Soc.* 1999; 82(8): 2150-4.
136. Sato SO, Endo T, Shimada M. Transformation of Yttria Doped Tetragonal Zirconia Polycrystals by Annealing under Controlled Humidity Conditions. *J Am Ceram Soc.* 1985; 68: (12): 320-22
137. Lange F, Dunlop G, Davis BI. Degradation during aging of transformation-toughened ZrO₂-Y₂O₃ materials at 250° C. *J Am Ceram Soc.* 1986; 69(3): 237-40.
138. Kim D-J, Jung H-J, Cho D-H. Phase transformations of Y₂O₃ and Nb₂O₅ doped tetragonal zirconia during low temperature aging in air. *Solid State Ion.* 1995; 80(1-2): 67-73.
139. Deville S, Chevalier J, Gremillard L. Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia. *Biomaterials.* 2006; 27(10): 2186-92.
140. Inokoshi M, Vanmeensel K, Zhang F, De Munck J, Eliades G, Minakuchi S, et al. Aging resistance of surface-treated dental zirconia. *Dent Mater.* 2015;31(2):182-94.
141. Kim H-T, Han J-S, Yang J-H, Lee J-B, Kim S-H. The effect of low temperature aging on the mechanical property & phase stability of Y-TZP ceramics. *J Adv Prosthodont.* 2009; 1(3): 113-7.
142. Cattani-Lorente M, Scherrer SS, Ammann P, Jobin M, Wiskott HA. Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. *Acta Biomater.* 2011; 7(2): 858-65.
143. Amaral M, Valandro LF, Bottino MA, Souza RO. Low-temperature degradation of a Y-TZP ceramic after surface treatments. *J Biomed Mater Res B: Applied Biomaterials.* 2013; 101(8): 1387-92.

144. Pereira G, Amaral M, Cesar P, Bottino M, Kleverlaan C, Valandro L. Effect of low-temperature aging on the mechanical behavior of ground Y-TZP. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2015; 45: 183-92.
145. Kobayashi K, Kuwajima H, Masaki T. Phase change and mechanical properties of ZrO₂-Y₂O₃ solid electrolyte after ageing. *Solid State Ion.* 1981; 3: 489-93.
146. Triwatana P, Nagaviroj N, Tulapornchai C. Clinical performance and failures of zirconia-based fixed partial dentures: a review literature. *J Adv Prosthodont.* 2012; 4(2): 76-83.
147. Marchack BW, Sato S, Marchack CB, White SN. Complete and partial contour zirconia designs for crowns and fixed dental prostheses: a clinical report. *J Prosthet Dent.* 2011; 106(3): 145-52.
148. Batson ER, Cooper LF, Duqum I, Mendonça G. Clinical outcomes of three different crown systems with CAD/CAM technology. *J Prosthet Dent.* 2014; 112(4): 770-7.
149. Kim H-K, Kim S-H, Lee J-B, Han J-S, Yeo I-S. Effect of polishing and glazing on the color and spectral distribution of monolithic zirconia. *J Adv Prosthodont.* 2013; 5(3): 296-304.
150. Kim H-K, Kim S-H. Effect of the number of coloring liquid applications on the optical properties of monolithic zirconia. *Dent Mater.* 2014; 30(9): 229-37.
151. Stawarczyk B, Frevert K, Ender A, Roos M, Sener B, Wimmer T. Comparison of four monolithic zirconia materials with conventional ones: Contrast ratio, grain size, four-point flexural strength and two-body wear. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016; 59: 128-38.
152. Ilie N, Stawarczyk B. Quantification of the amount of blue light passing through monolithic zirconia with respect to thickness and polymerization conditions. *J Prosthet Dent.* 2015; 113(2): 114-21.
153. Matsuzaki F, Sekine H, Honma S, Takanashi T, Furuya K, Yajima Y, et al. Translucency and flexural strength of monolithic translucent zirconia and porcelain-layered zirconia. *Dent Mater J.* 2015; 34(6): 910-7.
154. Hamza U, Bayındır F. Monolitik Zirkonyum Restorasyonlar. *Atatürk Üniv Diş Hek Fak Derg.* 2016; 26(15): 67-72.

155. Nakamura K, Harada A, Inagaki R, Kanno T, Niwano Y, Milleding P, et al. Fracture resistance of monolithic zirconia molar crowns with reduced thickness. *Acta Odontol Scand.* 2015; 73(8): 602-8.
156. Sun T, Zhou S, Lai R, Liu R, Ma S, Zhou Z, et al. Load-bearing capacity and the recommended thickness of dental monolithic zirconia single crowns. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2014; 35: 93-101.
157. Durkan R, Deste G, Şimşek H. Monolitik Zirkonya Seramik Sisitemlerinin Üretim Tipleri ile Aşınma, Optik ve Estetik Özellikleri. *Atatürk Üniv Diş Hek Fak Derg.* 2018; 28(2): 263-70.
158. Bindl A, Lüthy H, Mörmann WH. Strength and fracture pattern of monolithic CAD/CAM-generated posterior crowns. *Dent Mater.* 2006; 22(1): 29-36.
159. Mundhe K, Jain V, Pruthi G, Shah N. Clinical study to evaluate the wear of natural enamel antagonist to zirconia and metal ceramic crowns. *J Prosthet Dent.* 2015; 114(3): 358-63.
160. Venezia P, Torsello F, Cavalcanti R, D'Amato S. Retrospective analysis of 26 complete-arch implant-supported monolithic zirconia prostheses with feldspathic porcelain veneering limited to the facial surface. *J Prosthet Dent.* 2015; 114(4): 506-12.
161. Cheng C-W, Chien C-H, Chen C-J, Papaspyridakos P. Complete-mouth implant rehabilitation with modified monolithic zirconia implant-supported fixed dental prostheses and an immediate-loading protocol: a clinical report. *J Prosthet Dent.* 2013; 109(6): 347-52.
162. Amer R, Kürklü D, Johnston W. Effect of simulated mastication on the surface roughness of three ceramic systems. *J Prosthet Dent.* 2015; 114(2): 260-5.
163. Kolakarnprasert N, Kaizer MR, Kim DK, Zhang Y. New multi-layered zirconias: Composition, microstructure and translucency. *Dent Mater.* 2019; 35(5): 797-806
164. Wong ACH, Tian T, Tsoi JKH, Burrow MF, Matinlinna JP. Aspects of adhesion tests on resin-glass ceramic bonding. *Dent Mater.* 2017; 33(9): 1045-55.
165. Vargas MA, Bergeron C, Diaz-Arnold A. Cementing all-ceramic restorations: recommendations for success. *J Am Dent Assoc.* 2011; 142: 20-4.

166. Awad MM, Alqahtani H, Al-Mudahi A, Murayshed M, Alrahlah A, Bhandi SH. Adhesive Bonding to Computer-aided Design/Computer-aided Manufacturing Esthetic Dental Materials: An Overview. *J Contemp Dent Pract.* 2017; 18(7): 622-6.
167. Dutra D, Pereira G, Kantorski K, Exterkate R, Kleverlaan C, Valandro L, et al. Grinding with diamond burs and hydrothermal aging of a Y-TZP material: effect on the material surface characteristics and bacterial adhesion. *Oper Dent.* 2017; 42(6): 669-78.
168. Papia E, Larsson C, du Toit M, von Steyern PV. Bonding between oxide ceramics and adhesive cement systems: a systematic review. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2014; 102(2): 395-413.
169. Külünk Ş, Külünk T, Kavut I, Saraç D, Kunt GE. Fracture strength of surface treated zirconia based multilayer CAD/CAM ceramic crowns. *Turkiye Klinikleri J Dental Sci.* 2017; 23(3): 174-83.
170. Chen M, Zhang Y, Yao X, Li H, Yu Q, Wang Y. Effect of a non-thermal, atmospheric-pressure, plasma brush on conversion of model self-etch adhesive formulations compared to conventional photo-polymerization. *Dent Mater.* 2012; 28(12): 1232-9.
171. Han GJ, Kim JH, Cho BH, Oh KH, Jeong JJ. Promotion of resin bonding to dental zirconia ceramic using plasma deposition of tetramethylsilane and benzene. *Eur J Oral Sci.* 2017; 125(1): 81-7.
172. Valverde GB, Coelho PG, Janal MN, Lorenzoni FC, Carvalho RM, Thompson VP, et al. Surface characterisation and bonding of Y-TZP following non-thermal plasma treatment. *J Dent.* 2013; 41(1): 51-9.
173. Lee M-H, Min B, Son J, Kwon T-Y. Influence of different post-plasma treatment storage conditions on the shear bond strength of veneering porcelain to zirconia. *Materials.* 2016; 9(1): 43.
174. Khan AA, Al Kheraif AAA, Jamaluddin S, Elsharawy M, Divakar DD. Recent Trends in Surface Treatment Methods for Bonding Composite Cement to Zirconia: A Review. *J Adhes Dent.* 2017; 19(1): 7-19
175. Van As G. Erbium lasers in dentistry. *Dent Clin N Am.* 2004; 48(4): 1017-59.
176. Gökçe B, Özpınar B, Dündar M, Cömlekoglu E, Sen B, Güngör M. Bond strengths of all-ceramics: acid vs laser etching. *Oper Dent.* 2007; 32(2): 173-8.

177. Trajtenberg C, Pereira P, Powers J. Resin bond strength and micromorphology of human teeth prepared with an Erbium: YAG laser. *Am J Dent.* 2004; 17(5): 331-6.
178. Akyıl MŞ, Uzun İH, Bayındır F. Bond strength of resin cement to yttrium-stabilized tetragonal zirconia ceramic treated with air abrasion, silica coating, and laser irradiation. *Photomed Laser Surg.* 2010; 28(6): 801-8.
179. Usumez A, Hamdemirci N, Koroglu BY, Simsek I, Parlar O, Sari T. Bond strength of resin cement to zirconia ceramic with different surface treatments. *Lasers Med Sci.* 2013; 28(1): 259-66.
180. Kara O, Kara HB, Tobi ES, Ozturk AN, Kilic HS. Effect of various lasers on the bond strength of two zirconia ceramics. *Photomed Laser Surg.* 2015; 33(2): 69-76.
181. Yucel MT, Kilic I, Kilic HS, Gundogdu Y, Okutan Y. Effect of femtosecond laser beam angle and formed shape on surface roughness and shear bond strength between zirconia and resin cement. *J Adhes Sci Technol.* 2018; 32(12): 1265-77.
182. Piwowarczyk A, Lauer H-C, Sorensen JA. In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. *J Prosthet Dent.* 2004; 92(3): 265-73.
183. Wood D, Bubb N, Millar B, Dunne S. Preliminary investigation of a novel retentive system for hydrofluoric acid etch-resistant dental ceramics. *J Prosthet Dent.* 1997; 78(3): 275-80.
184. Kern M, Thompson V. Sandblasting and silica-coating of dental alloys: volume loss, morphology and changes in the surface composition. *Dent Mater.* 1993; 9(3): 155-61.
185. Moravej-Salehi E, Moravej-Salehi E, Valian A. Surface topography and bond strengths of feldspathic porcelain prepared using various sandblasting pressures. *J Investig Clin Dent.* 2016; 7(4): 347-54.
186. Soares CJ, Soares PV, Pereira JC, Fonseca RB. Surface treatment protocols in the cementation process of ceramic and laboratory-processed composite restorations: a literature review. *J Esthet Restor Dent.* 2005; 17(4): 224-35.
187. Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2004; 71(2): 381-6.

188. Kosmač T, Oblak Č, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. *J Biomed Mater Res.* 2000; 53(4): 304-13.
189. Tzanakakis E-GC, Tzoutzas IG, Koidis PT. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. *J Prosthet Dent.* 2016; 115(1): 9-19.
190. Moon J-e, Kim S-h, Lee J-b, Ha S-r, Choi Y-s. The effect of preparation order on the crystal structure of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. *Dent Mater.* 2011; 27(7): 651-63.
191. Monaco C, et al. Microstructural changes produced by abrading Y-TZP in presintered and sintered conditions. *J Dent.* 2013; 41(2): 121-126.
192. Inokoshi M, et al. Meta-analysis of bonding effectiveness to zirconia ceramics. *J Dent Res.* 2014; 93(4): 329-334.
193. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. *J Prosthet Dent.* 2007; 98(5): 379-88.
194. Aboushelib MN. Evaluation of zirconia/resin bond strength and interface quality using a new technique. *J Adhes Dent.* 2011; 13(3): 255.
195. Wang H, Aboushelib MN, Feilzer AJ. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. *Dent Mater.* 2008; 24(5): 633-8.
196. Addison O, Cao X, Sunnar P, Fleming GJ. Machining variability impacts on the strength of a 'chair-side' CAD-CAM ceramic. *Dent Mater.* 2012; 28(8): 880-7.
197. Sevmez H, Güngör MB, Yılmaz H. Tam Seramik Restorasyonlarda Uygulanan Yüzey İşlemleri. *EÜ Dişhek Fak Derg* 2018; 39(3): 148-159
198. Dérand P, Dérand T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. *Int J Prosthodont.* 2000; 13(2): 131-35
199. Lundberg K, Wu L, Papia E. The effect of grinding and/or airborne-particle abrasion on the bond strength between zirconia and veneering porcelain: a systematic review. *Acta Biomater Odontol Scand.* 2017; 3(1): 8-20.
200. Gupta T. Strengthening by surface damage in metastable tetragonal zirconia. *J Am Ceram Soc.* 1980; 63(1-2): 117.

201. Guazzato M, Albakry M, Quach L, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina/zirconia-reinforced dental ceramic. *Dent Mater.* 2005; 21(5): 454-63.
202. Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent.* 2005; 33(1): 9-18.
203. Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2006; 77(1): 28-33.
204. Laufer B, Nicholls J, Townsend J. SiO_x-C coating: a composite-to-metal bonding mechanism. *J Prosthet Dent.* 1988; 60(3): 320-7.
205. Amaral R, Özcan M, Bottino MA, Valandro LF. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater.* 2006;22(3):283-90.
206. Uludamar A, Akalin B, Ozkan YK. Zirkonyum esaslı tam seramik restorasyonlarda simantasyon öncesi yüzey hazırlıkları. *Cumhuriyet Dent J.* 2011; 14(2): 140-153
207. Valandro LF, Della Bona A, Bottino MA, Neisser MP. The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic. *J Prosthet Dent.* 2005; 93(3): 253-9.
208. Geis-Gerstorfer J. In vitro corrosion measurements of dental alloys. *J Dent.* 1994; 22(4): 247-51.
209. Gale M, Darvell B. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent.* 1999; 27(2): 89-99.
210. Versluis A, Douglas WH, Sakaguchi RL. Thermal expansion coefficient of dental composites measured with strain gauges. *Dent Mater.* 1996; 12(5-6): 290-4.
211. McInnes P, Dickinson G. The effect of thermocycling in microleakage analysis. *Dent Mater.* 1992; 8(3): 181-4.
212. Papacchini F, Toledano M, Monticelli F, Osorio R, Radovic I, Polimeni A, et al. Hydrolytic stability of composite repair bond. *Eur J Oral Sci.* 2007; 115(5): 417-24.
213. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res.* 2000; 79(6): 1385-91.

214. Harada K, Shinya A, Gomi H, Hatano Y, Shinya A, Raigrodski AJ. Effect of accelerated aging on the fracture toughness of zirconias. *J Prosthet Dent.* 2016; 115(2): 215-23.
215. Ramesh S, Lee KS, Tan C. A review on the hydrothermal ageing behaviour of Y-TZP ceramics. *Ceram Int.* 2018.
216. Roy M, Whiteside L, Katerberg B, Steiger J. Phase transformation, roughness, and microhardness of artificially aged yttria-and magnesia-stabilized zirconia femoral heads. *J Biomed Mater Res A.* 2007; 83(4): 1096-102.
217. Deville S, Gremillard L, Chevalier J, Fantozzi G. A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2005; 72(2): 239-45.
218. Nergiz I, Schmage P, Herrmann W, Özcan M. Effect of alloy type and surface conditioning on roughness and bond strength of metal brackets. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2004; 125(1): 42-50.
219. Martínez-Gomis J, Bizar J, Anglada JM, Samsó J, Peraire M. Comparative evaluation of four finishing systems on one ceramic surface. *Int J Prosthodont.* 2003; 16(1): 74-7
220. Bollenl CM, Lambrechts P, Quirynen M. Comparison of surface roughness of oral hard materials to the threshold surface roughness for bacterial plaque retention: a review of the literature. *Dent Mater.* 1997; 13(4): 258-69.
221. Güler AU, Duran I, Ço A, Özkan P. Effects of air polishing powders on the surface roughness of composite resins. *J Dent Sci.* 2010; 5(3): 136-43.
222. Sanches RP, Otani C, Damião AJ, Miyakawa W. AFM characterization of bovine enamel and dentine after acid-etching. *Micron.* 2009; 40(4): 502-6.
223. Oura K, Lifshits V, Saranin A, Zotov A, Katayama M. *Surface science: an introduction*: Springer Science & Business Media; 2013.
224. Dörterler E. Zikonyum oksit esaslı seramik sistemlerinde lazerle yapılan pürüzlendirmenin bağlantı gücüne etkisi. Ankara, Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı. Doktora tezi. 2007.

225. Silikas N, Watts D, England K, Jandt K. Surface fine structure of treated dentine investigated with tapping mode atomic force microscopy (TMAFM). *J Dent.* 1999; 27(2): 137-44.
226. Teixeira EC, Thompson JL, Piascik JR, Thompson JY. In vitro toothbrush-dentifrice abrasion of two restorative composites. *J Esthet Restor Dent.* 2005; 17(3): 172-81.
227. Tholt B, Miranda-Júnior W, Prioli R, Thompson J, Oda M. Surface roughness in ceramics with different finishing techniques using atomic force microscope and profilometer. *Oper Dent.* 2006; 31(4): 442-9.
228. Alaçakir A, Tan E, Aladli F, Pervan O, Güven O. Investigation of morphological effects of gamma irradiation on secondary coating surface of optical fibers by atomic force microscopy. *Radiat Phys Chem Oxf Engl 1993.* 1995; 46(4-6): 1295-8.
229. Mironov V. *Fundamentals of the scanning probe microscopy.* Nizhniy Novgorod, 2004.
230. Cowan A, Wilson N, Wilson M, Watts D. The application of ESEM in dental materials research. *J Dent.* 1996;24(5): 375-7.
231. Chapman SK. *Working with a scanning electron microscope:* Lodgemark Press; 1986.
232. Cengiz T, Mısırlıgil A, Aydın M. *Tıp ve diş hekimliğinde genel ve özel mikrobiyoloji.* Ankara: Güneş Kitapevi. 2004.
233. E Y. Farklı yüzey özelliklerine sahip zirkonyum oksit ve farklı fabrikasyon yöntemleri ile üretilen veneer seramikleri arasındaki bağlantı değerinin fizik yeterliliğinin değerlendirilmesi. Ankara, HÜ Sağlık Bilimleri Enstitüsü Doktora Tezi. 2011.
234. Pittayachawan P. *Comparative study of physical properties of zirconia based dental ceramics:* UCL (University College London); 2009.
235. Samuel R, Chandrasekar S, Farris TN, Licht RH. Effect of residual stresses on the fracture of ground ceramics. *J Am Ceram Soc.* 1989; 72(10): 1960-6.
236. Buerger MJ. *X-Ray Crystallography.* 4th Ed., New York: John Wiley & Sons Inc. 1958.
237. LAL K. *Synthesis, Crystal Growth and Characterization.* Amsterdam: North-Holland Publishing Co. 1982.

238. Kao H, Ho F, Yang C, Wei W. Surface machining of fine-grain Y-TZP. *J Eur Ceram Soc.* 2000; 20(14-15): 2447-55.
239. Yilmaz H, Nemli SK, Aydin C, Bal BT, Tıraş T. Effect of fatigue on biaxial flexural strength of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Dent Mater.* 2011; 27(8): 786-95.
240. Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dent Mater.* 2010; 26(2): 78-93.
241. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater.* 2010; 26(2): 100-21.
242. Guazzato M, Albakry M, Swain MV, Ironside J. Mechanical properties of In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia. *Int J Prosthodont.* 2002; 15(4): 339-46
243. Sunnegårdh-Grönberg K, Peutzfeldt A, van Dijken JW. Flexural strength and modulus of a novel ceramic restorative cement intended for posterior restorations as determined by a three-point bending test. *Acta Odontol Scand.* 2003; 61(2): 87-92.
244. Karakoca S, Yılmaz H. Influence of surface treatments on surface roughness, phase transformation, and biaxial flexural strength of Y-TZP ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2009; 91(2): 930-7.
245. Prö L. Compressive strength of two modern all-ceramic crowns. *Int J Prosthodont.* 1992; 5(5): 409-14
246. Craig RG, Powers J. *Restorative dental materials* st. Louis: CV Mosby. 2002; 480: 552-3.
247. Giordano II RA, Pelletier L, Campbell S, Pober R. Flexural strength of an infused ceramic, glass ceramic, and feldspathic porcelain. *J Prosthet Dent.* 1995; 73(5): 411-8.
248. Askeland DR, Phule PP. *The science and engineering of materials*: Springer; 2003.
249. Ban S, Anusavice K. Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *J Dent Res.* 1990; 69(12): 1791-9.
250. Seal A, Dalui A, Banerjee M, Mukhopadhyay A, Phani K. Mechanical properties of very thin cover slip glass disk. *Bull Mater Sci.* 2001; 24(2): 151-5.

251. Ohyama T, Yoshinari M, Oda Y. Effects of cyclic loading on the strength of all-ceramic materials. *Int J Prosthodont*. 1999; 12(1): 28-37
252. Zeng K, Odén A, Rowcliffe D. Flexure tests on dental ceramics. *Int J Prosthodont*. 1996; 9(5): 434-9
253. Hammad IA, Talic YF. Designs of bond strength tests for metal-ceramic complexes: review of the literature. *J Prosthet Dent*. 1996; 75(6): 602-8.
254. Fett T, Rizzi G. 3-balls-on-3-balls test for ceramic disks: A finite element study: Forschungszentrum Karlsruhe; 2004
255. Morrell R, McCormick N, Bevan J, Lodeiro M, Margetson J. Biaxial disc flexure–modulus and strength testing. *Br Ceram Trans*. 1999; 98(5): 234-40.
256. ISO 6872, 2008. Dentistry-Ceramic Materials. International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland.
257. Okada R, Asakura M, Ando A, Kumano H, Ban S, Kawai T, et al. Fracture strength testing of crowns made of CAD/CAM composite resins. *J Prosthodont Res*. 2018; 62(3): 287-92.
258. Souza RO, Valandro LF, Melo RM, Machado JP, Bottino MA, Ozcan M. Air-particle abrasion on zirconia ceramic using different protocols: effects on biaxial flexural strength after cyclic loading, phase transformation and surface topography. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2013; 26: 155-63.
259. Toraya H, Yoshimura M, Somiya S. Calibration curve for quantitative analysis of the Monoclinic-Tetragonal ZrO₂ system by X-ray diffraction. *J Am Ceram Soc*. 1984; 67(6): 119-21.
260. Pittayachawan P, McDonald A, Petrie A, Knowles JC. The biaxial flexural strength and fatigue property of Lava Y-TZP dental ceramic. *Dent Mater*. 2007; 23(8): 1018-29.
261. Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. *J Dent*. 2007 ;35(11): 819-26.
262. Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM, et al. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent Mater*. 2010; 26(5): 426-32.

263. Preis V, Letsch C, Handel G, Behr M, Schneider-Feyrer S, Rosentritt M. Influence of substructure design, veneer application technique, and firing regime on the in vitro performance of molar zirconia crowns. *Dental Mater.* 2013; 29(7): 113-21.
264. Alessandretti R, Borba M, Benetti P, Corazza PH, Ribeiro R, Della Bona A. Reliability and mode of failure of bonded monolithic and multilayer ceramics. *Dent Mater.* 2017; 33(2): 191-7.
265. Sailer I, Makarov NA, Thoma DS, Zwahlen M, Pjetursson BE. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). *Dent Mater.* 2015; 31(6): 603-23.
266. Pjetursson BE, Sailer I, Makarov NA, Zwahlen M, Thoma DS. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part II: Multiple-unit FDPs. *Dent Mater.* 2015; 31(6): 624-39.
267. Flinn BD, Raigrodski AJ, Mancl LA, Toivola R, Kuykendall T. Influence of aging on flexural strength of translucent zirconia for monolithic restorations. *J Prosthet Dent.* 2017; 117(2): 303-9.
268. Pereira GK, Guilardi LF, Dapieve KS, Kleverlaan CJ, Rippe MP, Valandro LF. Mechanical reliability, fatigue strength and survival analysis of new polycrystalline translucent zirconia ceramics for monolithic restorations. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018; 85: 57-65.
269. Inokoshi M, Pongprueksa P, De Munck J, Zhang F, Vanmeensel K, Minakuchi S, et al. Influence of light irradiation through zirconia on the degree of conversion of composite cements. *J Adhes Dent.* 2016; 18(2): 161-71.
270. Hallmann L, Ulmer P, Reusser E, Hammerle CH. Surface characterization of dental Y-TZP ceramic after air abrasion treatment. *J Dent.* 2012; 40(9): 723-35.
271. Sailer I, Hammerle CH. Zirconia ceramic single-retainer resin-bonded fixed dental prostheses (RBFDPs) after 4 years of clinical service: a retrospective clinical and volumetric study. *Int J Periodontics Restorative Dent.* 2014; 34(3): 333-43.
272. Kern M. Bonding to oxide ceramics-laboratory testing versus clinical outcome. *Dent Mater.* 2015; 31(1): 8-14.

273. Tsuo Y, Yoshida K, Atsuta M. Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. *Dent Mater J.* 2006; 25(4): 669-74.
274. Phark JH, Duarte S, Jr., Blatz M, Sadan A. An in vitro evaluation of the long-term resin bond to a new densely sintered high-purity zirconium-oxide ceramic surface. *J Prosthet Dent.* 2009; 101(1): 29-38.
275. Heydecke G, Butz F, Binder JR, Strub JR. Material characteristics of a novel shrinkage-free ZrSiO₄ ceramic for the fabrication of posterior crowns. *Dent Mater.* 2007; 23(7): 785-91.
276. Qeblawi DM, Munoz CA, Brewer JD, Monaco EA, Jr. The effect of zirconia surface treatment on flexural strength and shear bond strength to a resin cement. *J Prosthet Dent.* 2010; 103(4): 210-20.
277. Subasi MG, Inan O. Evaluation of the topographical surface changes and roughness of zirconia after different surface treatments. *Lasers Med Sci.* 2012; 27(4): 735-42.
278. Matani JD, Kheur M, Jambhekar SS, Bhargava P, Londhe A. Evaluation of experimental coating to improve the zirconia-veneering ceramic bond strength. *J Prosthodont.* 2014; 23(8): 626-33.
279. Casucci A, Mazzitelli C, Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Osorio E, et al. Morphological analysis of three zirconium oxide ceramics: Effect of surface treatments. *Dent Mater.* 2010; 26(8): 751-60.
280. Everson P, Addison O, Palin WM, Burke FJ. Improved bonding of zirconia substructures to resin using a "glaze-on" technique. *J Dent.* 2012; 40(4): 347-51.
281. Erdemir U, Sancakli HS, Sancakli E, Eren MM, Ozel S, Yucel T, et al. Shear bond strength of a new self-adhering flowable composite resin for lithium disilicate-reinforced CAD/CAM ceramic material. *J Adv Prosthodont.* 2014; 6(6): 434-43.
282. Ozcan M, Melo RM, Souza RO, Machado JP, Felipe Valandro L, Bottino MA. Effect of air-particle abrasion protocols on the biaxial flexural strength, surface characteristics and phase transformation of zirconia after cyclic loading. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2013; 20: 19-28.
283. Piascik JR, Wolter SD, Stoner BR. Development of a novel surface modification for improved bonding to zirconia. *Dent Mater.* 2011; 27(5): 99-105.

284. Passos SP, Linke B, Major PW, Nychka JA. The effect of air-abrasion and heat treatment on the fracture behavior of Y-TZP. *Dent Mater.* 2015; 31(9): 1011-21.
285. Kitayama S, Nikaido T, Maruoka R, Zhu L, Ikeda M, Watanabe A, et al. Effect of an internal coating technique on tensile bond strengths of resin cements to zirconia ceramics. *Dent Mater J.* 2009; 28(4): 446-53.
286. Okutan Y, Yucel MT, Gezer T, Donmez MB. Effect of airborne particle abrasion and sintering order on the surface roughness and shear bond strength between Y-TZP ceramic and resin cement. *Dent Mater J.* 2019; 38(2): 241-9.
287. Donmez MB, Yucel MT, Kilic I, Okutan Y. Novel ceramic primer vs. conventional treatment methods: Effects on roughness and bond strength of all-ceramic restorations. *Am J Dent.* 2018; 31(5): 249-52.
288. Ebeid K, Wille S, Salah T, Wahsh M, Zohdy M, Kern M. Evaluation of surface treatments of monolithic zirconia in different sintering stages. *J Prosthodont Res.* 2018; 62(2): 210-7.
289. Egilmez F, Ergun G, Cekic-Nagas I, Vallittu PK, Lassila LV. Factors affecting the mechanical behavior of Y-TZP. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2014; 37: 78-87.
290. Grigore A, Spallek S, Petschelt A, Butz B, Spiecker E, Lohbauer U. Microstructure of veneered zirconia after surface treatments: a TEM study. *Dent Mater.* 2013; 29(11): 1098-107.
291. Subasi MG, Demir N, Kara O, Ozturk AN, Ozel F. Mechanical properties of zirconia after different surface treatments and repeated firings. *J Adv Prosthodont.* 2014; 6(6): 462-7.
292. Sato H, Yamada K, Pezzotti G, Nawa M, Ban S. Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment. *Dent Mater J.* 2008; 27(3): 408-14.
293. Garcia Fonseca R, de Oliveira Abi-Rached F, dos Santos Nunes Reis JM, Rambaldi E, Baldissara P. Effect of particle size on the flexural strength and phase transformation of an airborne-particle abraded yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal ceramic. *J Prosthet Dent.* 2013; 110(6): 510-4.
294. Yilmaz H, Aydin C, Gul BE. Flexural strength and fracture toughness of dental core ceramics. *J Prosthet Dent.* 2007; 98(2): 120-8.

295. Bhamra G, Palin WM, Fleming GJ. The effect of surface roughness on the flexure strength of an alumina reinforced all-ceramic crown material. *J Dent.* 2002; 30(4): 153-60.
296. Mota YA, Cotes C, Carvalho RF, Machado JPB, Leite FPP, Souza ROA, et al. Monoclinic phase transformation and mechanical durability of zirconia ceramic after fatigue and autoclave aging. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2017; 105(7): 1972-7.
297. Zucuni CP, Guilardi LF, Fraga S, May LG, Pereira GKR, Valandro LF. CAD/CAM machining Vs pre-sintering in-lab fabrication techniques of Y-TZP ceramic specimens: Effects on their mechanical fatigue behavior. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2017; 71: 201-8.
298. Bennison SJ, Jagota A, Smith CA. Fracture of glass/poly (vinyl butyral)(Butacite®) laminates in biaxial flexure. *J Am Ceram Soc.* 1999; 82(7): 1761-70.
299. Thompson GA. Determining the slow crack growth parameter and Weibull two-parameter estimates of bilaminate disks by constant displacement-rate flexural testing. *Dent Mater.* 2004; 20(1): 51-62.
300. Taskonak B, Borges GA, Mecholsky JJ, Jr., Anusavice KJ, Moore BK, Yan J. The effects of viscoelastic parameters on residual stress development in a zirconia/glass bilayer dental ceramic. *Dent Mater.* 2008; 24(9): 1149-55.
301. Jin J, Takahashi H, Iwasaki N. Effect of test method on flexural strength of recent dental ceramics. *Dent Mater J.* 2004; 23(4): 490-6.
302. Zhang Y, Lawn BR, Malament KA, Van Thompson P, Rekow ED. Damage accumulation and fatigue life of particle-abraded ceramics. *Int J Prosthodont.* 2006; 19(5): 442-8.
303. Kurtulmus-Yilmaz S, Aktore H. Effect of the application of surface treatments before and after sintering on the flexural strength, phase transformation and surface topography of zirconia. *J Dent.* 2018; 72: 29-38.
304. Abi-Rached FO, Martins SB, Almeida-Junior AA, Adabo GL, Goes MS, Fonseca RG. Air abrasion before and/or after zirconia sintering: surface characterization, flexural strength, and resin cement bond strength. *Oper Dent.* 2015; 40(2): 66-75.

305. Guo X. On the degradation of zirconia ceramics during low-temperature annealing in water or water vapor. *J Phys Chem Solids*. 1999; 60(4): 539-46.
306. Oblak C, Verdenik I, Swain MV, Kosmac T. Survival-rate analysis of surface treated dental zirconia (Y-TZP) ceramics. *J Mater Sci Mater Med*. 2014; 25(10): 2255-64.
307. Kvam K, Karlsson S. Solubility and strength of zirconia-based dental materials after artificial aging. *J Prosthet Dent*. 2013; 110(4): 281-7.
308. Kern M, Barloi A, Yang B. Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J Dent Res*. 2009; 88(9): 817-22.
309. Shahin R, Kern M. Effect of air-abrasion on the retention of zirconia ceramic crowns luted with different cements before and after artificial aging. *Dent Mater*. 2010; 26(9): 922-8.
310. Lee TH, Lee SH, Her SB, Chang WG, Lim BS. Effects of surface treatments on the susceptibilities of low temperature degradation by autoclaving in zirconia. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2012; 100(5): 1334-43.
311. Sim I-G, Shin Y, Shim J-S, Kim J-E, Kim J-H. Effects of artificial aging on the biaxial flexural strength of Ce-TZP/Al₂O₃ and Y-TZP after various occlusal adjustments. *Ceram Int*. 2017; 43(13): 9951-9.
312. Zhang Y, Lawn BR. Fatigue sensitivity of Y-TZP to microscale sharp-contact flaws. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2005; 72(2): 388-92.
313. Borchers L, Stiesch M, Bach FW, Buhl JC, Hubsch C, Kellner T, et al. Influence of hydrothermal and mechanical conditions on the strength of zirconia. *Acta Biomater*. 2010; 6(12): 4547-52.
314. Preis V, Schmalzbauer M, Bougeard D, Schneider-Feyrer S, Rosentritt M. Surface properties of monolithic zirconia after dental adjustment treatments and in vitro wear simulation. *J Dent*. 2015; 43(1): 133-9.
315. Cotes C, Arata A, Melo RM, Bottino MA, Machado JP, Souza RO. Effects of aging procedures on the topographic surface, structural stability, and mechanical strength of a ZrO₂-based dental ceramic. *Dent Mater*. 2014; 30(12): 396-404.

EKLER

Ek 1. Yerel Etik Kurul Kararı

Evrak Tarih ve Sayısı: 18/05/2018-E.29813



T.C.
ADNAN MENDERES ÜNİVERSİTESİ REKTÖRLÜĞÜ
Diş Hekimliği Fakültesi
Klinik Araştırmalar Etik Kurulu

Sayı : 98318678-020
Konu : Etik Kurul Toplantı Kararı

Sayın Dr. Öğr. Üyesi Yener OKUTAN
Öğretim Üyesi

'Farklı Kuşlama ve Sinterleme Protokollerinin ve Yapay Yaşlandırmanın Monolitik Zirkonyanın Yüzey Pürüzlülüğü, Faz Dönüşümü ve Eğilme Dayanımına Etkisi' isimli ADÜDHF2018/033 protokol numaralı revize alan çalışmanız 16/05/2018 tarihinde Etik Kurulumuz tarafından tekrar değerlendirilmiştir. Başvuru dosyası ile ilgili belgeler araştırmanın gerekçe, amaç, yaklaşım ve yöntemleri dikkate alınarak incelenmiş ve uygun bulunmuş olup araştırmanın başvuru dosyasında belirtilen merkezlerde gerçekleştirilmesinde etik ve bilimsel sakınca bulunmadığına toplantıya katılan etik kurul üye tam sayısının salt çoğunluğu ile karar verilmiştir.

Bilgilerinizi ve gereğini rica ederim.

e-imzalıdır

Prof.Dr. Senem Gökçen YİĞİT ÖZER
Kurul Başkanı

Evrakı Doğrulamak İçin: <https://ebys.adu.edu.tr/enVision/Dogrula/8A4444Z>

Adnan Menderes Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Hasaneferdi Mahallesi Hastaneler
Caddesi Eski Şehir Hastanesi Efeler/AYDIN
Telefon No: 0 256 213 39 39 Faks No: 0256 215 19 18

Bilgi İçin: Aliye ÖZER

Unvan: Büro Personeli

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Soyadı, Adı : YILMAZ, Ali Dođuş
Uyruk : T.C.
Dođum yeri ve tarihi : İzmir, 15.01.1989
Telefon : 05437215258
E-mail : dogusyilmaz@windowslive.com
Yabancı Dil : İngilizce

EĞİTİM

<u>Derece</u>	<u>Kurum</u>	<u>Mezuniyet tarihi</u>
Lisans	İstanbul Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi,	2006-2013
	Aydın Adnan Menderes Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi AD.	2015-

İŞ DENEYİMİ

<u>Yıl</u>	<u>Yer/Kurum</u>	<u>Ünvan</u>
2015-2019	Aydın Adnan Menderes Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi AD.,	Araştırma Görevlisi

BİLİMSEL ETKİNLİKLERİ

A) Katıldığı Bilimsel Sempozyum ve Kongreler

21. Bass Uluslararası Bilimsel Kongresi 12-15 Mayıs 2016, Banja Luka, Bosna Hersek

BIOHORIZONS UMG Uluslararası Bilimsel Kongresi 5-8 Ekim 2017, Antalya, Türkiye

Artı Dental Organizasyon, Prof. Dr. Muharrem Erhan Çömlekođlu ile İmplant Üstü Protez
Kursu 3-4 Mart 2018, İstanbul, Türkiye

Uluslararası Meandros Diş Hekimliği Kongresi 23-25 Kasım 2018, Aydın, Türkiye

B) Bilimsel Kongrelerde Yapılan Bildiriler

Yılmaz B, Okutan Y, Yılmaz A.D, Dönmez Özkan H, Yiğit Özer S. The Single-Visit Chairside CAD/CAM Restorations: Case Reports. 21. Bass Uluslararası Bilimsel Kongresi, 2016 (Vaka raporu sunumu).

Yılmaz B, Yılmaz A.D, Dönmez Özkan H. Travma Kaynaklı Aşırı Kron Harabiyetinin Fiber Post Ve CAD/CAM İle Protetik Rehabilitasyonu: Olgu Sunumu. Uluslararası Meandros Diş Hekimliği Kongresi, 2018 (Poster).

