

**MEHMET FEHİM
ÇELENK**

**HIZLI VE KLASİK SİNTERLEME UYGULANAN ZİRKONYANIN FARKLI
YÜZEY İŞLEMLERİ SONRASI SERAMİK BAĞLANTISININ VE MEKANİK
ÖZELLİKLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ**

**CÜDHF
SİVAS
2016**



**T.C.
CUMHURİYET ÜNİVERSİTESİ
DİŐ HEKİMLİĐİ FAKÜLTESİ**

**HIZLI VE KLASİK SİNERLEME UYGULANAN
ZİRKONYANIN FARKLI YÜZEY İŐLEMLERİ
SONRASI SERAMİK BAĐLANTISININ VE
MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN
DEĐERLENDİRİLMESİ**

Dt. MEHMET FEHİM ÇELENK

UZMANLIK TEZİ

SİVAS-2016

**T.C.
CUMHURİYET ÜNİVERSİTESİ
DİŞ HEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ**

**HIZLI VE KLASİK SİNERLEME UYGULANAN
ZİRKONYANIN FARKLI YÜZEY İŞLEMLERİ SONRASI
SERAMİK BAĞLANTISININ VE MEKANİK
ÖZELLİKLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ**

UZMANLIK TEZİ

PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANA BİLİM DALI

TEZ DANIŞMANI

YRD. DOÇ. DR. MEHMET EMRE COŞKUN

SİVAS-2016

ONAY SAYFASI

‘Hızlı Ve Klasik Sinterleme Uygulanan Zirkonyanın Farklı Yüzey İşlemleri Sonrası Seramik Bağlantısının Ve Mekanik Özelliklerinin Değerlendirilmesi’ adlı **Uzmanlık** Tezi, Cumhuriyet Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü Lisansüstü Tez Yazım Kılavuzuna uygun olarak hazırlanmış ve jürimiz tarafından Cumhuriyet Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi **Protetik Diş Tedavisi** Ana Bilim Dalında **Uzmanlık** tezi olarak kabul edilmiştir.

İmza

Üye: Prof .Dr. Şenay CANAY.....

Üye: Doç.Dr. Hakan AKIN

Üye: Yrd.Doç.Dr. Mehmet Emre COŞKUN.....

Bu tez, 22.09.2016 tarih ve 2016/15 sayılı Yönetim Kurulu Kararı ile belirlenen ve yukarıda imzaları bulunan jüri üyeleri tarafından kabul edilmiştir.

Prof. Dr. İhsan HUBBEZOĞLU

Diş Hekimliği Fakültesi

Dekan V.

Bu tez, Cumhuriyet Üniversitesi Senatosu'nun 18.02.2015 tarihli ve 4/4 sayılı kararı ile kabul edilen Sağlık Bilimleri Enstitüsü Lisansüstü Tez Yazım Kılavuzuna göre hazırlanmıştır.

ÖZET

HIZLI VE KLASİK SİNERLEME UYGULANAN ZİRKONYANIN FARKLI YÜZEY İŞLEMLERİ SONRASI SERAMİK BAĞLANTISININ VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

Mehmet Fehim ÇELENK
Uzmanlık Tezi
Protetik Diş Tedavisi Ana Bilim Dalı
Danışman: Yrd. Doç. Dr. Mehmet Emre COŞKUN
2016, 77 Sayfa

Çalışmamızın amacı; hızlı ve klasik sinterleme uygulanan zirkonyum oksitin mekanik özelliklerinin ve farklı yüzey işlemleri sonrası yüzey pürüzlülük değerleri ve bunun seramik bağlantısı üzerine etkisini incelemektir. Yüzey pürüzlülüğünün, seramik bağlantısının ve üç nokta bükme dayanımının incelenmesi amacıyla zirkonyum oksit örnekler, CAD/CAM cihazında üretildi.

Hızlı ve klasik sinterleme uygulanan örnekler 2 ana gruba ait 4'er alt gruba ayrıldı (n:10). Örnekler yüzey işlemlerine göre kontrol, kumlama, Er-YAG ve Nd-YAG olarak ayrıldı. Daha sonrasında örnek yüzeylerine yüksek ısı porseleni uygulandı. Porselen uygulamasının ardından akrilik bloklara gömülen örneklere universal test cihazında kesme makaslama bağlantı testi uygulandı. Yüzey analizleri için SEM görüntüleri ve profilometre değerleri incelendi. Faz geçişleri XRD analizi ile karşılaştırıldı. Örneklerin üç nokta bükme dayanımları universal test cihazı ile ölçüldü. Sonuçların homojen dağılım gösterme durumları test edildikten sonra, normal dağılım göstermeyen test gurupları parametrik olmayan Mann Whitney U testi ile, homojen dağılım gösteren test gurupları ise parametrik Tukey ve One way ANOVA testleri uygulanarak değerlendirildi. ($p < 0,05$)

Grupların yüzey pürüzlülük değerleri (R_a) karşılaştırıldığında, hem hızlı hem klasik sinterlenen gruplarda en yüksek ortalama değerler Nd-YAG lazer, en düşük ortalama değerler kontrol grubunda gözlemlendi. Grupların makaslama bağlantı dayanım değerleri karşılaştırıldığında, hızlı sinterlenen grupta en yüksek ortalama değer (N) Nd-YAG lazer en düşük ortalama değer kontrol grubunda bulunurken; klasik sinterlenen grupta en yüksek ortalama değer kumlama grubunda, en düşük ortalama değer ise kontrol grubunda gözlemlendi. Üç nokta bükme dayanımları incelendiğinde hızlı sinterlenen örneklerin bükme dayanımı klasik sinterlenen örneklerden istatistiksel olarak anlamlı şekilde yüksek bulundu.

Anahtar Kelimeler: Sinterleme, Zirkonya, Yüzey İşlemi, Bağlantı Dayanımı, Üç nokta eğme testi.

ABSTRACT

EVALUATION OF MECHANICAL PROPERTIES AND EFFECTS OF DIFFERENT SURFACE APPLICATIONS ON SHEAR BOND STRENGTH OF PORCELAIN TO ZIRCONIUM OXIDE AFTER FAST AND CONVENTIONAL SINTERING

Mehmet Fehim ÇELENK

Expertise Thesis

Department of Prosthodontics

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Mehmet Emre COŞKUN

2016,77 Pages

The aim of this study to evaluate of mechanical properties and effects of different surface applications on shear bond strength of porcelain to zirconium oxide after fast and conventional sintering. Zirconia samples were produced to evaluate surface roughness, porcelain bond and three point flexural strength in CAD/CAM unit.

Fast and conventional sintered samples were divided 2 main group and 4 low group for each 2 main groups (n:10). Samples were divided for surface treatments; control, sandblasting, Er-YAG and Nd-YAG. Veneer porcelain was applied to zirconia surfaces. After the porcelain application of the samples, which were embedded in resin blocks, shear bond strength test with universal test machine was applied. SEM and profilometer values were evaluate for surface analyses. Phase differences were compared with XRD. Three point bending was held with universal test machine. All test values homogeneity were evaluated, parametric Tukey and One way ANOVA tests were used for homogen values, nonparametric Mann Whitney U test was used for nonhomogen values. ($p<0,05$)

When surface roughness values were compared among groups (R_a), in both fast and conventional sintered groups maximum mean values were observed in Nd-YAG laser group, minimum mean values were observed in control group. When shear bond strength values were compared, in fast sintered group maximum mean values (N) were observed in Nd-YAG laser group, in conventional sintered group maximum mean values were observed in sandblasting and control group was the lowest in both sintered groups. When three point bending test values were compared fast sintered group was higher than conventional sintered group.

Keywords: Sintering, Zirconia, Surface Treatment, Bonding Strength, Three point bending test.

TEŞEKKÜR

Uzmanlık eğitimim boyunca hem bilimsel hem pratik anlamda hakkını ödeyemeyeceğim, klinik içinde ve dışında beni koruyup kollayan danışman hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Mehmet Emre COŞKUN' a emeklerinden dolayı teşekkürü bir borç bilirim.

Eğitim süresince manevi desteklerini benden esirgemeyen, değerli bölüm hocalarım Prof.Dr. Giray BOLAYIR, Doç.Dr. Hakan DEMİR, Doç.Dr. Derya ÖZDEMİR DOĞAN, Doç.Dr. Hakan AKIN, Yrd.Doç.Dr. Faik TUĞUT, Yrd.Doç.Dr. Oğuzhan GÖRLER ve Yrd.Doç.Dr. Ayşegül Göze SAYGIN hocalarıma teşekkür ederim.

Tez çalışmalarına yardımlarından ve gösterdikleri sabırdan dolayı, hep yanımda olduklarını hissettiren sevgili asistan arkadaşlarım Dt. Melih ÜLGEY, Dt. Mehmet Çağatay ULUCAN, Dt. Safa ÖZDEN, Dt. Musa Aykut ALTINTAŞ, Dt. Selin Ümmü ÖZSOY, çok sevgili Dt. Emine ÜNAL ve bütün bölüm personeline teşekkür ederim.

Verilerin değerlendirilmesinde, bana zaman ayırıp yardımcı olan, saygı değer hocam Yrd. Doç.Dr. Ziyet ÇINAR'a teşekkürü bir borç bilirim.

Daha önce fakültemizde beraber çalışma şansı bulduğum üzerimde çok emeği olan değerli hocam Doç. Dr. Koray SOYGUN, çok çok sevdiğim Dt. Yasemen ÜNAL ve kardeşim Dt. Osman VAROL'a teşekkür ederim.

Hayatımı anlamlandıran ve bana her konuda destek olan değerli arkadaşım Tuba TOĞRULCA'ya çok çok teşekkür ederim.

Bugünlere gelmemde emeklerini benden esirgemeyen, bana doğru kararlar vermemde hep yardımcı olan sevgili annem Nurhayat ÇELENK, sevgili babam Erdoğan ÇELENK ve çok çok sevgili ablam Özge ÇELENK' e sonsuz teşekkürü bir borç bilirim.

İÇİNDEKİLER

| | |
|---|------|
| ÖZET | I |
| ABSTRACT | II |
| TEŞEKKÜR | III |
| İÇİNDEKİLER DİZİNİ | IV |
| ŞEKİLLER DİZİNİ | VIII |
| ÇİZELGELER DİZİNİ | XI |
| SİMGELER DİZİNİ | XII |
| KISALTMALAR DİZİNİ | XIII |
| 1. GİRİŞ | 1 |
| 2. GENEL BİLGİLER | 3 |
| 2.1 Zirkonya | 3 |
| 2.1.1 Zirkonyanın Mikroyapısal Sınıflandırması | 4 |
| 2.1.1.1 Stabil Halde Olmayan Saf Zirkonya | 4 |
| 2.1.1.2 Tetragonal Fazın Stabilizasyonu | 6 |
| 2.1.1.3 Dönüşüm Sertleşmesi | 8 |
| 2.1.2 Y-TZP Esaslı Alt Yapı Üretimi | 9 |
| 2.1.2.1 CAD/CAM | 9 |
| 2.1.2.2 Seramiğin Direkt İşlenmesi | 10 |
| 2.1.3 Zirkonyanın Üretim Şekillerine Göre Sınıflandırılması | 11 |
| 2.1.3.1 Dry-pressed Zirkonya Seramikler (Green) | 11 |
| 2.1.3.2 Pre-sinterize Zirkonya Bloklar (Yarı sinterlenmiş) | 11 |
| 2.1.3.3 Tam Sinterlenmiş Zirkonya Bloklar | 12 |

| | | |
|-----------|---|----|
| 2.1.4 | Zirkonyanın Diş Hekimliğinde Kullanım Alanları | 13 |
| 2.1.5 | Metal Altyapı ile Porselen Arasındaki Bağlantıyı Arttırmaya | 13 |
| | Yönelik Yüzey İşlemleri | |
| 2.1.5.1 | Kumlama | 13 |
| 2.1.5.2 | Aşındırma | 13 |
| 2.1.5.3 | Asitle Pürüzlendirme | 14 |
| 2.1.5.4 | Lazerle Pürüzlendirme | 14 |
| 2.1.5.4.1 | Nd-YAG Lazer | 15 |
| 2.1.5.4.2 | Er-YAG Lazer | 15 |
| 2.1.5.5 | Plazma Sprey | 16 |
| 2.2 | Sinterleme | 16 |
| 2.2.1 | Katı Hal Sinterleme | 17 |
| 2.2.2 | Sıvı-Faz Sinterleme | 19 |
| 2.2.3 | Basınç Yardımlı Sinterleme | 19 |
| 2.2.3.1 | Sıcak Pres | 19 |
| 2.2.3.2 | Sıcak İzostatik Presleme | 20 |
| 2.2.3.3 | Spark Plazma Sinterleme | 21 |
| 2.3 | Hızlı Sinterleme Teknikleri | 22 |
| 2.3.1 | İndüksiyonla Sinterleme | 22 |
| 2.3.2 | Mikrodalga Sinterleme | 23 |
| 2.3.3 | Plazma Sinterleme | 24 |
| 2.3.4 | Lazer Sinterleme | 25 |
| 2.4 | Dental Seramikler | 26 |

| | | |
|----------|---|----|
| 2.4.1 | Dental Seramiğin Yapısı | 27 |
| 2.4.1.1. | Feldspar | 27 |
| 2.4.1.2. | Kuartz | 28 |
| 2.4.1.3. | Kaolin | 28 |
| 2.4.2 | Dental Seramiklerin Sınıflandırılması | 28 |
| 2.5 | Diş Hekimliğinde Sık Kullanılan Mekanik Test Yöntemleri | 30 |
| 2.5.1 | Makaslama Testi | 30 |
| 2.5.2 | Üç Nokta Eğme Testi | 31 |
| 2.6 | Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Analizi | 32 |
| 2.7 | X-Ray Difraksiyon (XRD) Analizi | 32 |
| 3. | MATERYAL VE METOD | 33 |
| 3.1 | Zirkonya Örneklerin Hazırlanması | 33 |
| 3.2 | Kesme Makaslama Dayanımı Testi ile Porselen Bağlantısı Test Edilecek Zirkonya Örneklerinin Hazırlanması | 36 |
| 3.2.1 | Kuylama Grubu | 36 |
| 3.2.2 | Nd-YAG Lazer Grubu | 37 |
| 3.2.3 | Er-YAG Lazer Grubu | 37 |
| 3.3 | Kesme Makaslama Dayanım Testi Uygulanacak Zirkonya Örneklerle Porselen Uygulanması | 38 |
| 3.4 | Makaslama Bağlantı Dayanımı Testinin Uygulanması | 40 |
| 3.5 | SEM Analizlerinin Yapılması | 41 |
| 3.6 | XRD Analizlerinin Yapılması | 41 |
| 3.7 | Üç Nokta Bükme Dayanımı Testinin Uygulanması | 42 |

| | |
|---|----|
| 3.8 Yüzey Pürüzlülüğünün Değerlendirilmesi | 42 |
| 3.9 İstatiksel Yöntem | 43 |
| 4. BULGULAR | 43 |
| 4.1 XRD Analizlerinin İncelenmesi | 43 |
| 4.2 Üç Nokta Bükme Testi Sonuçlarının Analizi | 45 |
| 4.3 Yüzey Pürüzlülüğü Sonuçlarının Analizi | 46 |
| 4.4 Makaslama Bağlantı Dayanımı Testi Bulguları | 50 |
| 4.5 SEM Analizlerinin İncelenmesi | 54 |
| 5. TARTIŞMA | 60 |
| 6. SONUÇLAR | 69 |
| 7. KAYNAKLAR | 71 |
| 8. ÖZGEÇMİŞ | 77 |

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1: Kübik yapı

Şekil 2.2: Tetragonal yapı

Şekil 2.3: Monoklinik yapı

Şekil 2.4: Dönüşüm sertleşmesi mekanizması

Şekil 2.5: Sinterleme tane mekanizması a) tane yoğunlaşması ve büyümesi b) tane irileşmesi

Şekil 2.6: Sinterlemenin ortasında ve sonunda şematik tane şekilleri

Şekil 2.7: Katı hal sinterleme aşamaları

Şekil 2.8: Sıcak presleme sistemi

Şekil 2.9: Sıcak izostatik presleme

Şekil 2.10: Spark Plazma Sinterleme şematik görünüm

Şekil 2.11: Mikrodalga sinterlemenin şematik gösterimi

Şekil 2.12: Malzemenin Mikrodalga ile Etkileşimi

Şekil 2.13: Plazma sinterlemenin şematik gösterimi

Şekil 2.14: Lazer ışınının toz alaşıma uygulanması

Şekil 2.15: Lazer sinterlemenin şematik şekli

Şekil 2.16: Makaslama Bağlantı Dayanımı Testi Şematik Görünümü

Şekil 2.17: Üç nokta eğme testi şematik görünümü

Şekil 3.1: Zirkonya bloğun CAM ünitesindeki görünümü

Şekil 3.2: CAD sistemi üzerinde yapılan çizim

Şekil 3.3: CAM ünitesi kalibrasyon frezi

Şekil 3.4: CAM ünitesi

Şekil 3.5: Üretim sonrası kazınan zirkonya blok

Şekil 3.6: Protherm Sinterleme Fırını

Şekil 3.7: Sirona iFire HTC Speed sinterleme fırını

- Şekil 3.8:** Mikrotek Kumlama Cihazı
- Şekil 3.9:** Mikrotek Kumlama Cihazı basınç göstergesi
- Şekil 3.10:** Nd-YAG lazer cihazı
- Şekil 3.11:** Nd-YAG lazer parametreleri
- Şekil 3.12:** Er-YAG lazer cihazı
- Şekil 3.13:** Er-YAG lazer parametreleri
- Şekil 3.14:** Zirkonya örneklere porselen uygulanması
- Şekil 3.15:** TDSS Magic 3100 Seramik Fırını
- Şekil 3.16:** Distile su banyosu
- Şekil 3.17:** Universal Test Cihazı
- Şekil 3.18:** Makaslama testi ceheden görünümü
- Şekil 3.19:** Makaslama testi yandan görünümü
- Şekil 3.20:** SEM analizi cihazı
- Şekil 3.21:** SEM örneklerini kaplama ünitesi
- Şekil 3.22:** XRD ünitesi
- Şekil 3.23:** Universal test cihazı 3 nokta bükme testi
- Şekil 3.24:** Zirkonya örneğin 3 nokta üzerine yerleştirilmesi
- Şekil 3.25:** Zirkonya örneğin 3 nokta bükme testi sonucu görünümü
- Şekil 3.26:** Profilometre cihazı
- Şekil 3.27:** Yüzey pürüzlülük testi cepheden görünüm
- Şekil 3.28:** Yüzey pürüzlülük testi yandan görünüm
- Şekil 3.29:** Yüzey pürüzlülüğü testi sonucu Ra ve Rz değerleri
- Şekil 4.1:** Klasik sinterleme prosedürü uygulanan kontrol grubu analizi
- Şekil 4.2:** Klasik sinterleme prosedürü uygulanan kumlama grubu analizi
- Şekil 4.3:** Klasik sinterleme prosedürü uygulanan Er-YAG grubu analizi
- Şekil 4.4:** Klasik sinterleme prosedürü uygulanan Nd-YAG grubu analizi
- Şekil 4.5:** Hızlı sinterleme prosedürü uygulanan kontrol grubu analizi

Şekil 4.6: Hızlı sinterleme prosedürü uygulanan kumlama grubu analizi

Şekil 4.7: Hızlı sinterleme prosedürü uygulanan Er-YAG grubu analizi

Şekil 4.8: Hızlı sinterleme prosedürü uygulanan Nd-YAG grubu analizi

Şekil 4.9: Klasik sinterleme prosedürü ardından kesme makaslama bağlantı testi uygulanan kontrol grubu analizi

Şekil 4.10: Klasik sinterleme prosedürü ardından kesme makaslama bağlantı testi uygulanan kumlama grubu analizi

Şekil 4.11: Klasik sinterleme prosedürü ardından kesme makaslama bağlantı testi uygulanan Er-YAG grubu analizi

Şekil 4.12: Klasik sinterleme prosedürü ardından kesme makaslama bağlantı testi uygulanan Nd-YAG grubu analizi

Şekil 4.13: Hızlı sinterleme prosedürü ardından kesme makaslama bağlantı testi uygulanan kontrol grubu analizi

Şekil 4.14: Hızlı sinterleme prosedürü ardından kesme makaslama bağlantı testi uygulanan kumlama grubu analizi

Şekil 4.15: Hızlı sinterleme prosedürü ardından kesme makaslama bağlantı testi uygulanan Er-YAG grubu analizi

Şekil 4.16: Hızlı sinterleme prosedürü ardından kesme makaslama bağlantı testi uygulanan Nd-YAG grubu analizi

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1: Çeşitli üretici firmalar ve zirkonya ürünleri

Çizelge 2.2: Dental Seramiklerin Sınıflandırılması

Çizelge 3.1: Protherm Sinterleme Prosedürü

Çizelge 3.2: Sirona iFire HTC Speed hızlı sinterleme prosedürü

Çizelge 3.3: Porselen Bağlantısı Değerlendirilecek, Hızlı ve Klasik Sinterlenen Zirkonya Örneklerin Grup Dağılımı

Çizelge 3.4: CZR porselen pişirme dereceleri ve dakikaları

Çizelge 4.1: Klasik ve hızlı sinterleme uygulanan zirkonyanın XRD analizi sonuçları

Çizelge 4.2: Hızlı sinterlenen numunenin gerilme (strain) eğrisi ve kristal büyüklüğü

Çizelge 4.3: Klasik sinterlenen numunenin gerilme (strain) eğrisi ve kristal büyüklüğü

Çizelge 4.4: Hızlı ve klasik sinterleme uygulanmış zirkonya örneklerin üç nokta bükme dayanım değerlerinin analizi

Çizelge 4.5: Hızlı ve Klasik Sinterlenen Zirkonyanın Üç Nokta Bükme Dayanımı

Çizelge 4.6: Biaksiyel bükme testi sonuçlarının analizi

Çizelge 4.7: İstatistiksel olarak pürüzlülük değerlerinin karşılaştırılması

Çizelge 4.8: Ortalama Pürüzlülük Değerlerinin Karşılaştırılması

Çizelge 4.9: Yüzey Pürüzlülüğü İstatistiksel Analizi

Çizelge 4.10: İstatistiksel olarak makaslama değerlerinin karşılaştırılması

Çizelge 4.11: Ortalama Makaslama Bağlantı Değerlerinin Karşılaştırılması

Çizelge 4.12: Gurupların makaslama bağlantı dayanımları testi sonucunda adheziv, koheziv ve kombine ayrılma sayıları

Çizelge 4.13: Makaslama Bağlantı Dayanımı İstatistiksel Analizi

SİMGELER DİZİNİ

| | |
|-------------------|--------------------|
| % | Yüzde |
| °C | Santigrat derece |
| µm | Mikron |
| O | Atomik Oksijen |
| O ₂ | Oksijen |
| X | Ortalama |
| S | Standart sapma |
| N | Newton |
| λ | Dalga Boyu |
| g/cm ³ | Gram/Santimetreküp |
| α | Alfa |
| β | Beta |
| sn | Saniye |
| mJ | Milijoule |

KISALTMALAR DİZİNİ

| | |
|--|--|
| A ⁰ | Armstrong |
| MPa | Megapascal |
| GPa | Gigapascal |
| Al ₂ O ₃ | Alüminyum oksit |
| Al ₂ O ₃ 2SiO ₂ 2H ₂ O | Kaolen |
| SiO ₂ | Silika |
| TiO ₂ Solid | Oksit Tabakası |
| K ₂ OAl ₂ O ₂ 6SiO ₂ | Potasyum Alümina Silikat |
| Na ₂ OAl ₂ O ₃ 6SiO ₂ | Sodyum Alümina Silikat |
| CAD/CAM | Computer Aided Design/Computer Aided Manufacturing |
| Zr | Zirkonyum |
| ZrSiO ₄ | Zirkonyum Silikat |
| ZrO ₂ | Zirkonyum oksit |
| t→m | Tetragonal-monoklinik faz transformasyon |
| ISO | International Organization for Standardization |
| Er-YAG | Erbiyum Yittriyum-Alüminyum-Garnet |
| Nd-YAG | Neodmiyum Yittriyum-Alüminyum-Garnet |
| W | Watt |
| J | Joule |
| Hz | Hertz |
| P | Anlamlılık |
| ± | Standart sapma |
| SPSS | Statistical Package for Social Science |
| SEM | Taramalı Elektron Mikroskobu |
| Al | Alüminyum |
| TZP | Tetragonal zirkonya polikristalleri |
| PSZ | Parsiyel Stabilize Zirkonyum |
| Y-TZP | Yttrium-Tetragonal Zirkonya Polikristalleri |
| Y ₂ O ₃ | Yttrium Oksit |
| Atm. | Atmosfe |

1.GİRİŞ

Günümüzde insanların estetik beklentilerinin artmasıyla beraber uzun yıllardır diş hekimliğine hizmet eden ve halen kullanımda olan metal destekli porselen restorasyonların kullanımı azalmaya başlamıştır. Kırılmaya karşı dirençleri ve intraoral kullanımda kanıtlanmış başarılarıyla diş hekimliğinde sıklıkla kullanılmakta olan metal alt yapılı seramik protezler, doğal dişlerdeki ışık yansımalarını taklit etmede yetersiz kalmalarının yanı sıra özellikle marjin bölgelerindeki metal renginin yansımaları sebeplerinden ötürü estetik olarak beklentiyi karşılayamamaktadırlar. Bunlara ek olarak metal destekli restorasyonların korozyona uğraması ve alerjik reaksiyonlara sebep olması metal içermeyen tam seramik restorasyonlara yönelimi arttırmıştır. (1-5)

Tam seramik restorasyonlar, doğal dişe yakın ışık geçirgenliği (translüsensi), biyouyumluluk ve yüksek gerilme direnci özelliklerinden ötürü yaygınca kullanılmaya başlanmıştır. Ancak tam seramikler gerilme kuvvetlerine karşı yüksek direnç göstermelerine rağmen baskı dayanımları düşüktür. Bu yüzden güçlendirilmiş tam seramik sistemlerin kullanımı artmıştır. Zirkonya esaslı seramikler estetik beklentiyi karşılamadaki başarıları ve dayanıklı yapılarından ötürü güçlendirilmiş seramikler içerisinde çokça tercih edilmektedir. Zirkonyanın yüksek çiğneme kuvvetleri altında gösterdiği dayanıklılık faz dönüşümü mekanizmasına bağlanmaktadır. Çiğneme kuvvetleri altında çatlak oluşumunu engellemesi, daha düşük hacimdeki tetragonal fazdan daha yüksek hacimdeki monoklinik faza dönüşümüyle açıklanır. (6-8)

Zirkonya ile güçlendirilmiş tam seramikler polikristalize bir yapıdadırlar. Bu da zirkonya tam seramik restorasyonların ağız içerisinde mat bir görünüme sahip olmasına sebep olur. Dolayısıyla estetiğin ön planda olduğu anterior bölgede doğal dişlerde var olan translüsensiyi taklit etmekte başarısızlığa yol açar. Bu sebeple özellikle anterior bölgede zirkonya alt yapısı üzerine üst yapı veneer seramikler eklenerek estetik olarak kabul edilebilir restorasyonlar üretilmektedir. Zirkonya üzerine dentin ve mine porselenlerinin eklenmesi restorasyonda tabakalı bir yapı meydana getirir. Bu noktada zirkonya alt yapılı protezlerde sıkça görülen zirkonya-seramik bağlantısı sorunu göze çarpmaktadır. Üst yapı porseleninin zirkonya altyapısından tamamen veya parça parça tabakalar halinde ayrılması olarak tanımlanan delaminasyon, zirkonya alt yapılı restorasyonlarda en sık görülen başarısızlık sebebidir (9-11). Bu durumun oluşumu alt yapının uygun olmayan geometrik yapısı, yorgunluk fenomeni, seramik içindeki defektif yapı, alt yapı desteğinin yetersizliği, hasta faktörleri (bruksizm ve

değişik çiğneme alışkanlıkları), yetersiz bağlanma kuvveti, malzemenin özellikleri, oklüzal stabilite eksikliği ve alt yapı ile üst yapı arasındaki ısıl genişleme farklılığı sayılabilir. (12, 13)

Zirkonya ile güçlendirilmiş tam seramik restorasyonların uzun dönem başarısızlığında en büyük etkenlerden biri olan alt yapıdaki zirkonyanın üst yapı porseleni ile ayrılmasını önlemek için iki yüzey arasındaki bağlantıyı arttırmak amacıyla birçok yüzey işlemi uygulanmaktadır. Mekanik olarak yüzeyin prüzlendirilmesi, silan uygulaması, liner uygulaması, termal spreyleyler, cam partikülleri füzyonu, buharlı kloro-silan uygulaması, selektif infiltratif asitleme, hidroksil gruplarıyla reaksiyona giren kompleks fosfat primeri uygulaması, sıcak solüsyonlar ile korozyon ve lazer uygulamaları bunlardan bazılarıdır. (14)

Zirkonya ile güçlendirilmiş restorasyonların başarısını etkileyen bir diğer önemli üretim aşaması da sinterleme prosedürüdür. Zirkonya bloklar CAD-CAM cihazlarında kazındıktan sonra, zirkonyanın mikrokristal parçacıklarının birbirine bağlanarak direnç artışını sağlamak, partiküller arasında bağ oluşturmak ve materyalin yoğunluğun arttırmak amacıyla ısıl bir işlem olan sinterleme uygulanır. Sinterleme süresi, derecesi ve yöntemi materyalde ideal bir mukavemetin sağlanmasında önem taşımaktadır. Sinterlemede sıcaklık seviyesi ve artış-azalış şekli maddenin yoğunluğuna etki eder. Sıcaklık yükselmesi ani şekilde olması köprü kuron materyalin yok olmasına ve artık ürünler de düzensiz yapılar oluşumuna yol açar. (15, 16)

Çalışmamızın amacı hızlı ve klasik sinterleme işlemi uygulanan zirkonyanın farklı yüzey işlemleri ardından yüzeydeki değişimleri inceleyerek porselen bağlantısını araştırmak ve farklı sinterleme prosedürlerinin zirkonyanın mekanik özelliklerine etkisini karşılaştırmaktır.

Çalışmada;

- Makaslama testi kullanılarak, CAD/CAM ile hazırlanan zirkonyum oksit esaslı alt yapı örneklerinin hızlı ve klasik sinterleme sonrası yüksek ısı porseleni ile bağlantısı,
- Örneklerin farklı sinterleme işlemleri ardından kumlama işlemi uygulanmasının bağlantı dayanımına etkisi,
- Örneklerin farklı sinterleme işlemleri ardından Er-YAG lazer uygulanmasının bağlantı dayanımına etkisi,

- Örneklerin farklı sinterleme işlemleri ardından Nd-YAG lazer uygulanmasının bağlantı dayanımına etkisi,
- Örneklerin farklı sinterleme işlemleri ardından üç nokta bükme testine dayanımı,
- Örneklerin farklı sinterleme işlemleri ardından yüzey pürüzlülüğünün profilometre ve taramalı elektron mikroskopunda (SEM) incelemeleri,
- Örneklerin farklı sinterleme işlemleri ardından XRD analizlerinin değerlendirmesi yapılmıştır.

2. GENEL BİLGİLER

2.1 Zirkonya

Zirkonyum, simgesi 'Zr' olan kimyasal bir elementtir. Adını, Farsçada âzar (ateş) ve gûn (renk) kelimelerinin birleşmesiyle oluşan ateş rengi anlamındaki "âzargûn" den alan zirkonyum elementi periyodik cetvelde D grubunda bulunan bir maddedir. Atom numarası 40 kütlesi 91,22'dir. Birim hacminin kütlesi 6,49 g/cm³ , erime derecesi 1852 °C ve sıvı halden gaz hale geçiş derecesi 3580 °C'dir. Doğada başka elemente bağlanmadan bulunamaz, oksitlenmiş şekilde bulunur. Hekzagonal kristal şekildedir. Oda koşullarında griye benzer bir katıdır. Sıcaktan, mekanik ve kimyasal etmenlerden çok etkilenmez. Çok çeşitli yapıda bulunur. Bazı bileşikleri zirkonyum silikat (Zirkon, ZrSiO₄) ve zirkonyum oksittir (ZrO₂). Zirkonyum oksite 'zirkonya veya zirkonyum dioksit' de denir. Zirkonyum bileşiklerinin içerisinde 2% hafniyum (Hf) da bulunur, zirkonyum metalinin saflaştırılması sırasında elde edilir. Zirkonyum metal yüzeyinin oksitlenmiş yüzeyi havayla aktif bileşik oluşturmasını engeller. Buna karşın havada yakılması yani oksijenle reaksiyonu sonucu zirkonyum oksiti meydana getirir. [Zr(k) + O₂(g) = ZrO₂(k)]. (17-19)

Zirkonyum elementi 1789'da Sri Lanka'da keşfedildi. 1824'te Berzelius tarafından potasyumla işlendi. 1904'te patlayıcı olarak Lely ve Hamburger kullanıma geçirdi. İlk zamanlarda fotoğrafçılık ve fişek üretiminde yer buldu. 1949 senesinde sıcaklık oluşturan materyal olarak kullanılan zirkonyumun atom çekirdeğinden enerji üretiminde de yer almaktadır. (20-22)

Yüksek mekanik özellikleri zirkonyanın diş hekimliğinde kullanılmasını sağlamıştır. Günümüzde tam seramik dental restorasyonlarda kor materyali olarak, implant yapılarında ve ortodontik braketlerde kullanılmaktadır. (23)

2.1.1 Zirkonyanın Mikroyapısal Sınıflandırması

Zirkonya saf, kısmi stabil ve tam stabil olarak değişik formlarda gözlenir.

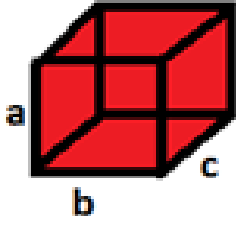
2.1.1.1 Stabil halde olmayan saf zirkonya

Zirkonya, kübik (*c*), tetragonal (*t*) ve monoklinik (*m*) formları olan farklı kristal yapılarda bulunabilen bir maddedir. Bu formlar bulunduğu sıcaklık derecesine göre değişir:

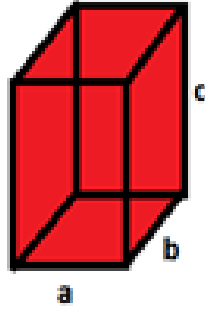
Kübik formda zirkonyanın var olan üç kesiti birbirine dik ve eşit uzunluktadır. (Şekil 2.1)

Tetragonal formda ise ilk iki kesit eşitken üçüncü kesit diğerlerinden uzun haldedir ve tabanı kare olan dik prizma şeklindedir. (Şekil 2.2)

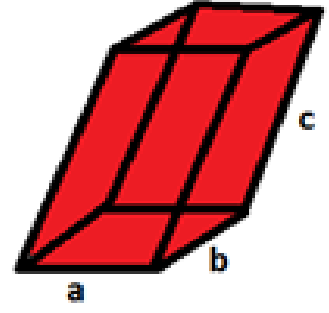
Monoklinik formda üç kesiti de aynı olmayan, dikdörtgen tabanlı eğik prizma şeklindedir. (Şekil 2.3) (24)



Şekil 2.1: Kübik yapı
 $a = b = c$



Şekil 2.2: Tetragonal yapı
 $a = b \neq c$



Şekil 2.3: Monoklinik yapı
 $a \neq b \neq c$

Saf zirkonya oda sıcaklığından 1170 °C'ye çıkana kadar monoklinik, 1170'ten 2370 °C'ye kadar tetragonal ve 2370 °C üstünde de kübik fazda bulunmaktadır. Soğuma sırasında 1070 °C 'nin yaklaşık 100 °C altında iken tetragonal fazdan monoklinik faza geçer. Soğuma sırasında meydana gelen bu faz değişimi hacimsel olarak %3-5 oranında artışa sebep olur. Bu hacimsel artışlar ile yapıda gerilim stresleri ve mikro çatlakların oluşması zirkonyumun mekanik olarak dayanıksız hale gelmesine sebep olur. Bu da saf zirkonyanın dental materyal olarak kullanımını imkansız hale getirmektedir. Bununla birlikte yapıya Mg, Ca, Sc ve Y gibi stabilize edici elementlerin zirkonyaya ilave edilmesi ile yüksek sıcaklıklarda stabil olan tetragonal faz, oda sıcaklığında da stabil hale gelir. Böylece tetragonalden monoklinik faza dönüşürken meydana gelen streslerden korunur ve mikro çatlakların oluşumu önlenir. Tetragonal fazın pozitif mekanik özellikleri korunarak zirkonya dental kullanıma uygun hale getirilir. (25, 26)

Zirkonyanın tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşümü stres, sıcaklık ve yüzey işlemleri ile başlayabilir. 10 yıllık bir kuluçka süresi ardından zirkonyada, vücut şartlarında kalça eklemi başlıklarında düşük sıcaklık yaşlanması rapor edilmiştir. Yttriyum ile stabilize edilmiş zirkonyanın vücut sıvısı veya su içerisinde yaşlanmasının ardından, zirkonyanın yüzeyinde bazı yerlerde tetragonal fazdan monoklinik faza geçiş görülmüştür. Ancak zirkonyum oksitin sudan etkilenmediğini gösteren çalışmalar da vardır. (25)

2.1.1.2 Tetragonal Fazın Stabilizasyonu

Bileşik oluşturmamış zirkonya, sinterleme prosesi ardından fazla miktarda sıcaklık azalması ve kapladığı alanda belirgin farklar oluşturmakta, böylece zirkonya materyali stabilitesini kaybetmektedir. Tetragonal zirkonya polikristal bileşenlerinin stabil halde kalması, biyomateryal olarak zirkonyadan beklenen performansın sağlanmasında en önemli kısımdır. (18)

Saf zirkonyanın CaO, MgO ve Y₂O₃ tarzı maddelerin eklenmesiyle materyalin sıcaklık artışıyla gösterdiği kimyasal yanıt değişime uğrar. Bileşik oluşturmamış zirkonya, bu stabil tutucu ajanların eklenmesiyle 1000 °C 'nin üzerine çıkartıldığında tetragonal forma dönüşür ancak yine oda sıcaklığına indirildiğindeyse bileşik oluşturmamış zirkonyadan bağımsız şekilde, kübik ve tetragonal formun birleşimi bir kimyasal form alır. Yani oda ısısında kısmi stabil zirkonyanın formu genellikle kübik, yüksek olmayan olasılıkta tetragonal ve monoklinik formdan oluşmaktadır. (18, 27)

Günümüz diş hekimliğinde tetragonal faz stabilizasyonunu sağlamak için üç değişik sistem kullanılmaktadır:

- i. Magnezyum katyonu eklenmiş kısmi stabilize zirkonya (Mg-PSZ)
- ii. Zirkonya ile güçlendirilmiş alumina (ZTA)
- iii. Yttriyum katyonu eklenmiş tetragonal zirkonya polikristalleri (Y-TZP)'dir. (28)

Magnezyum ile stabilize edilmiş zirkonya (Mg-PSZ)

Pöröz bir yapıya ve büyük gren boyutuna (30-60 µ) sahiptir. MgO içeriği %8-10 mol arasında değişmektedir. Büyük partikülleri ile aşınmaya direnci düşürmektedir. Yüksek sinterleme sıcaklığının yanı sıra (1680 °C -1800 °C) soğuma döngüsü, özellikle yaşlanma fazı olan 1100 °C 'de dikkatle kontrol edilmesi gereken materyalin bu fazında, dönüşebilen faz çökeltileri meydana gelmektedir. Bu çökeltilerin hacimsel miktarı, malzemenin kırılma dayanıklılığını kontrol eden en önemli faktördür. SiO₂' den yoksun Mg-PSZ elde etmenin zorluğuna bağlı olarak magnezyum silikat, grenlerdeki magnezyum içeriğini düşürerek *t-m* (tetragonal-monoklinik) faz dönüşümünü tetikleemektedir. Tüm bu sebeplerden ötürü düşük

mekanik özelliklere sahiptir. Denzir-M (Dentronic AB) Mg-PSZ ile üretim yapan sistemlere örnektir. (29, 30)

Zirkonya ile Güçlendirilmiş Alumina (ZTA)

Zirkonya ile güçlendirilmiş alümina, zirkonya ile alümina matriksinin oluşturduğu kombine bir materyaldir. ZrO_2 ile sertleştirilmiş alümina (Al_2O_3) veya ZrO_2 ile sertleştirilmiş mullit ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$), ZTA ve ZTM olarak da isimlendirilmektedir. Bu durumun yararı; tetragonal formun oda ısısında stabil olması için ek maddelerin eklenmesi yerine, fazın stabilize edilmesinin tanecik büyüklükleri, tanecik şekli ve yeri (granüllerin içi veya arası) ile oluşturulmasıdır. Piyasada In-Ceram adıyla bulunmaktadır ve alüminyum oksit materyaline ilave şekilde seryum ile stabilizasyonu sağlanmış 33% zirkonya (12Ce-TZP) eklenmiştir. In-Ceram zirkonya, döküm veya bilgisayarlı üretim yöntemi ile kullanılabilir. Materyalin 1100 °C'de 2 saat sinterlenmesi sonrasında cam infiltrasyon işlemi yapılmaktadır. Bu işlem sonrasında materyalin 23%'ünde cam form bulunmaktadır. Materyalin döküm yöntemiyle üretilmesi boyutlardaki küçülmenin en az seviyede olmasına yardımcı olmaktadır, materyalde boşluklu alanların oluşmasına sebep olur. Bu boşluklarsa ZTA seramik materyallerinin fiziksel dayanımlarının 3Y-TZP materyallerden düşük olmasına neden olmaktadır. Bunlarla beraber seryumla stabilize olan zirkonyanın, 3Y-TZP materyallere kıyasla aynı parametrelerde ısıl sabitliğin daha fazla ve düşük ısı bozulmalarına daha dirençli yapısı göze çarpmaktadır. (18, 29 ve 30)

Yitriyum ile Stabilize Edilen Tetragonal Zirkonya (Y-TZP)

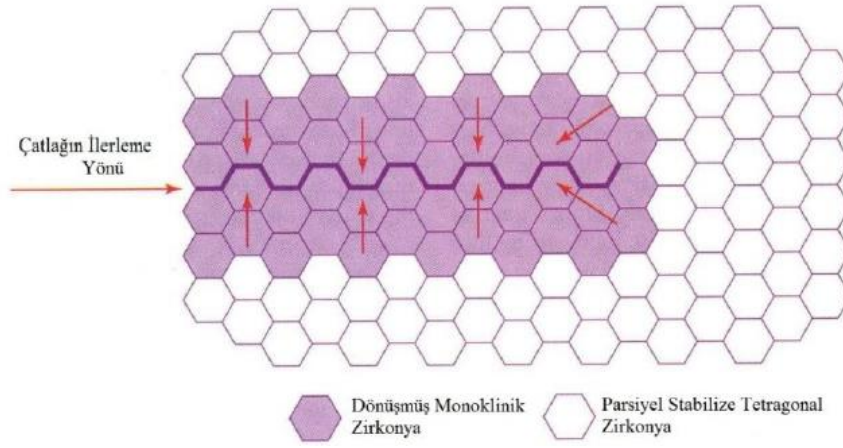
Stabilize olan zirkonyum oksit maddeleri karşılaştırıldığında biyomateryal şekilde diğerlerinden fazla uygulanan, yitriyum oksitin (Y_2O_3), saf zirkonyaya ağırlığının %3-5 şekilde eklenmesiyle oluşturulan yitriyum stabilize tetragonal zirkonyum oksit polikristali (Y-TZP)'dir. Materyalin içeriğinde düzensiz şekilde bulunan stabilize sağlayıcı Y^{+3} ve Zr^{+4} iyonları, oksijenle elektrik akışı sayesinde nötralizasyonu sağlayarak zirkonyayı stabilize etmektedir. Y-TZP cam faz içermeyen çok küçük (0.5µm) kristal partiküllerinden oluşan bir yapıya sahiptir. (19)

Y-TZP' nin fiziksel dayanımı içindeki kristallerin tanecik büyüklüğünden yüksek şekilde etkilenmektedir. Materyal için önemli tanecik büyüklüğü olarak bilinen 1µm' den yüksek

partikül boyutlarının kullanılması yapının stabilitesini bozar ve *t-m* (tetragonal-monoklinik) form değişimini daha hızlı bir hale getirerek tetragonal formun oluşumunu azaltır. Tanecik büyüklüğünün küçük olmasıysa form değişmesini azaltarak materyalin dayanıklılığını etkiler. Üstelik çok küçük tanecik boyutlarında (<0,2 µm) transformasyon gerçekleşmeyip materyalin kırılma sertliği azalmaktadır. Bir Y-TZP kitesini oluşturan tanecik boyutunu belirleyen faktör ise sinterleme sıcaklığı ve süresidir. Yüksek sinterleme derecesi ve kısa olmayan sinterleme zamanı partikül boyutlarının artmasını sağlar. Sonuç olarak bu materyalin üretim aşamasındaki sinterizasyon koşullarının, elde edilen ürünün stabilitesi ve mekanik özellikleri üzerinde önemli etkisi olduğu bilinmektedir. Diş hekimliğinde kullanılan Y-TZP materyallerin kimyasal bileşeni 0,2-0,5 µm çaplarında eşit kesitli partiküllerden oluştuğu gözlenmektedir. (28, 31)

2.1.1.3 Dönüşüm Sertleşmesi

Zirkonyanın dayanıklılığı ve direnci düşünüldüğünde sahip oldukları sertleşme mekanizması hesaba katılmalıdır. Sertleşme mekanizmaları; çatlak sapması, bölge korunması, temas korunması ve çatlak köprülemesi olarak sıralanabilir. En önemli sertleşme mekanizması, tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşümün öncülük ettiği ‘temas korunması’dır. Yttriumla stabil hale getirilen tetragonal zirkonyum oksitin polikristal fiziksel değişiklikleri, bileşiği oluşturulan yapıların tetragonal formdan monoklinik forma dönüşmesiyle alakalıdır. Bu dönüşme 4.4% oranda hacimde olan yükselmeye beraber, seramikte bulunan mikroçatlakların ilerlemesine engel olur, zirkonyum oksitin dayanımını artırır ve daha sert olmasını sağlar. Zirkonyanın bu özel durumuna “dönüşüm sertleşmesi” denir. Dönüşüm sertleşmesi zirkonyanın kırılmaya karşı daha dayanıklı olmasını sağlayarak materyali yüksek oranda sert yapar. Böylece Y-TZP, diğer diş hekimliğinde kullanılan seramik sistemlerden daha yüksek dirence ulaşır. (şekil 2.4) (32)



Şekil 2.4: Dönüşüm sertleşmesi mekanizması (18)

2.1.2 Y-TZP Esaslı Alt Yapı Üretimi

Zirkonyanın işlenmesi, faz dönüşümü mekanizmaları ardından sahip oldukları yüksek sertlikten dolayı diğer seramik sistemlerine oranla çok daha zor olmaktadır. Ayrıca Y-TZP esaslı alt yapı üretimi day üzerinde direkt sinterleme ile üretim için uygun değildir. Y-TZP esaslı seramikler freze sistemiyle üretime uygun olduklarından üretimlerinde CAD/CAM sistemleri kullanılmalıdır. (33, 34)

Y-TZP kullanılarak yapılan protezlerin üretilmesi, tam sinterlenmemiş bloklardan freze işlemi yapılarak şekillendirilmesinin sonrasında yüksek ısılarda sinterleme işlemi yapılması veya tamamiyle sinterlenmiş bloklardan frezleme yapılmasıyla direkt olarak yapılmaktadır. Y-TZP blokların makine ile şekillendirilmesi esasına dayanan bu sistemler, iki grup altında incelenebilmektedir:

- i. CAD/CAM
- ii. Seramiğin direkt İşlenmesi (DCM) (33)

2.1.2.1 CAD/CAM (Bilgisayar Destekli Tasarım/ Bilgisayar Destekli Üretim)

Bu sistemlerde optik tarayıcı cihazlarından veya hassasiyeti yüksek optik uçlarla oluşturulan verilerle bilgisayar üstündeki yazılımlar aracılığı ile üç boyutlu tasarımlar

oluşturulmaktadır. Daha sonra bu dizaynlar hassas ve ayrıntılı sonuçların elde edildiği işleme makinelerinde prefabrike blokların kullanılmasıyla üretime aktarılır. Çatlakların azalmasıyla birlikte homojen bir yapı sağlanır. CAD/CAM işlemleri üç aşamada tamamlanır:

- i. Tarayıcı
- ii. Yazılım
- iii. Donanım (18, 33 ve 35)

- i. **Tarayıcı (Scanner):** Komşu dişleri, diş hekiminin yaptığı preparasyonları ve oklüzyondaki dişlerin geometrisini ağız içi ya da ağız dışı olarak tarayarak verileri bilgisayar ortamına iletir. Dental kullanımlar için üç çeşit tarayıcı vardır:

Mekaniksel tarama yapan cihazda bir sivri uç veya pinli bir sistemle güdükler vasıtasıyla taranır.

Ağız içi tarama yapılan cihazla preperasyonu yapılmış ve yanlardaki dişlerle anatomik yapıların görüntüsü kayıt altına alınarak dijital görünüm oluşturulur.

Optik tarama cihazında ise renkli veya beyaz ışıkla güdüklerin yüzeyinin optik taraması yapılır.

- ii. **Yazılım (Software):** Kişiyeye özgü restorasyonların üretilmesine ve dizaynına izin veren yazılım programları geliştirilmiştir. Bilgisayar ekranında restorasyonun planlanmasının ve üç boyutlu olarak dizayn edilmesi için bilgisayar ünitesi içerir.
- iii. **Donanım (Hardware):** Bilgisayarda üç boyutlu olarak tasarımı yapılan restorasyonlar bilgisayara bağlı makine ve aletlerin aracılığıyla, prefabrike blokların kazınması ve aşındırılmasıyla üretilirler. (18, 33)

2.1.2.2 Seramiğin Direkt İşlenmesi

Bu proses zirkonyum oksitten üretilen tam sinterlemesi yapılmamış pörözite içeren bloklardan frezleme yapılarak altyapıların oluşturulmasıyla üretim esasına dayanır. Bu teknikte zirkonya alt yapıli restorasyonların yapımının daha kolay, hızlı ve güvenilir olması sağlanmaktadır. Frezlemenin ardından bütün materyal sinterleme işlemine tabii tutulmakta ve heterojen olmayan bir küçülme göstermektedir. Sistemin işleyişi, restorasyonun tasarımının yapıldığı basamakta CAD/CAM tekniğinden farklılık göstermektedir. Prepare edilen dişin day

örneği üstünde yapılacak restorasyonun alt yapısının rezin esaslı bir materyal ile modelajı tamamlanır. Model cihaza taşınır ve mekanik bir sensör veya lazer ile tüm yüzeyler taranır. Yüzeyle ait veriler sinterleme büzülmesini karşılayacak miktarda genişletilir. Hesaplanan yeni veriler aşındırma cihazına iletilerek blok bu ölçülerde şekillendirilir. Elde edilen yapı sinterizasyon sonucu gerçek boyutlarına kavuşur. (18)

2.1.3 Zirkonyanın Üretim Şekillerine Göre Sınıflandırılması

Dental işlemlerde tercih edilen zirkonyum oksit bloklar benzer kompozisyonda olsa da, bloğun elde edilme şekline göre kırılma dayanımları 900 MPa ve 1200 MPa arasında değişkenlik sergileyebilmektedir. Dental işlemlerde bilgisayar destekli sistemlerde tercih edilen zirkonyum oksit blokların hazırlanmasında üç değişik yöntem bulunmaktadır. Bu yöntemler zirkonyum oksitin tanecik büyüklüğünü, boşluk oranını ve çatlakların oluşumunu değiştirerek mekanik özelliklerinde farklara yol açar. (20)

2.1.3.1 Dry-pressed Zirkonya Seramikler

Zirkonya tozlarının özel bağlayıcı ajanlar vasıtasıyla ısıl işlem olmaksızın sıkıştırılmasıyla oluşturulan bu materyal rahatça şekillendirilebilir. Islak olmayacak şekilde elmas ve tungsten karbid frezlerle bu bloklara şekil verilebilir. Sinterleme işleminin ardından sinterlenme işlemi uygulanmamış boşluklu zirkonyum oksit, % 20-30 oranlarında boyutsal küçülmeye maruz kalarak birim hacime düşen kütle miktarı artarak yüksek densiteye ve dayanıma sahip olur. Sonuçta öngörülen küçülmeyi hesaba katarak olması istenen büyüklüğünden %20-25 yüksek boyutlarda kazanır. (18, 20, 24)

2.1.3.2 Yarı Sinterlenmiş Zirkonya Bloklar

Yarı sinterlenmiş zirkonyum oksit blok yapılar, sıkıştırılmış zirkonyum oksitin 500°C'de otuz dakikaya yakın sürede ısıtılmasıyla üretilirler. Zirkonya partiküllerinin basınç uygulanmadan sıkıştırılmasıyla hazırlanan sinterleme uygulanmamış blok yapılar CAD/CAM mekanizmasına kazanırlar. Olması istenenden yüksek ebatlarda üretime hazırlanan şablonlar kazanma ardından basınç uygulanmaksızın genellikle 1350 °C - 1500 °C aralığında kullanılan

bloğun sistemine uygun fırın parametrelerinde sinterlemeye bırakılır. Sinterleme uygulanmamış boşluklu zirkonyum oksit % 20'ye yakın küçülmeyle densitesi yüksek ve dayanımı artmış duruma ulaşır. (18, 20, 24)

2.1.3.3 Tam Sinterlenmiş Zirkonya Bloklar

Diğer zirkonya üretim şekillerine göre daha fazla densiteli sinterleme prosesi bitmiş zirkonya bloklardan protetik yapılar direkt olması istenen büyüklüklerde kazanırlar. Tam sinterlenmiş zirkonyum oksit blokların üretilme aşamasında blok 1300 °C'ye yakın derecelerde sinterlemeye bırakılır. Sonrasında tanecik densitesini yükseltmek için 1400 °C - 1500 °C aralığında 1000 bar üstünde basınç altında eş basınçlı şekilde (çoğunlukla argon gazı vasıtasıyla) ısıtılma işlemi yapılır. En sonunda rengi beyaz olana dek ısıtılma işlemi sürdürülür. Bunun sebebi sinterlemenin ardından basınç uygulanan Y-TZP' nin grimsi bir renk almasıdır. Oksijenle reaksiyona girerek beyazlaşması amacıyla bu proses gereklidir. Aksi takdirde materyalin diş hekimliğinde kullanımı mümkün olmaz. (18, 20, 24)

Everest, Cercon, Cercon Art 1,1, Lava, Procera, Zirkozahn günümüzde kullanılan zirkonya CAD/CAM sistemlerine örnek olarak gösterilebilirler. Çeşitli üretici firmalara ait zirkonyum oksit ürünleri aşağıdaki çizelge 2.1'de verilmiştir. (6, 24)

Çizelge 2.1: Çeşitli üretici firmalar ve zirkonya ürünleri (6)

| Ürün Adı | Üretici Firma |
|----------------------------|---------------|
| Lava TM Frame | 3M ESPE |
| DC-Zirkon | DCS |
| Cercon Base | Degudent |
| Procera Zirkonia | Nobel Biocare |
| Kavo Everest BIO Zs-Blank | KaVo |
| Xawes G 100 | Xawes |
| VITA Inceram 2000 YZ CUBES | Vita |
| Zirconiumdioxid-Digizon | Digident |
| Denzir | CAD esthetics |
| Diadem | Diatomic |
| ZirKon | Cynovad |

2.1.4 Zirkonyanın Diş Hekimliğinde Kullanım Alanları

Zirkonya diş hekimliğinde tek kron kaplamalarda, sabit parsiyel protezlerde, post materyallerinde, implant materyallerinde, implant dayanak materyallerinde, ortodontik braketlerde, hassas tutucu materyallerinde ve cerrahi alet materyali olarak kullanılmaktadır. (36)

2.1.5 Metal Altyapı ile Porselen Arasındaki Bağlantıyı Arttırmaya Yönelik Yüzey İşlemleri

1. Kuşlama
2. Aşındırma
3. Asitle Pürüzlendirme
4. Lazerle Pürüzlendirme
5. Plazma Sprey

2.1.5.1 Kuşlama

Kuşlama; materyallerin yüzeylerinin temizlenmesi, mikro retantif yapıların ve yüzey alanlarının artırılması için uygulanan bir işlemdir. Genellikle 50–250 µm' lik alüminyum oksit (Al_2O_3) tozları kullanılarak, ortalama 5 atm. basınç altında, kuşlama cihazında meydana gelen proses ardından mekanik retansiyon için çentikler oluşturulmaktadır. İşlem sırasında meydana gelen yüzey kusurlarının derinliği sıkıştırıcı yüzey tabakasının kalınlığını geçmemekte ve bu durum materyalin direncini arttırmaktadır. (9)

2.1.5.2 Aşındırma

Aşındırma ile bir seramik yüzeyde pürüzlülük, plastik deformasyon, faz dönüşümü, mikro çatlaklar ve sırtlar oluşmaktadır. Yüzey şartlandırma yöntemleri materyal üzerinde çatlaklar, stres yoğunlaşmasına yol açarak materyalin dayanıklılığını azaltabilir. Özellikle zirkonyanın aşındırılması sırasında eğer yüzeydeki baskı tabakasının derinliğini geçen çatlaklar ve işlem

sırasında oluşan ısı artışı zirkonyanın dayanıklılığını olumsuz yönde etkiler ve tetragonal fazdan monoklinik faza geçişi etkileyerek yüzeydeki baskı tabakasını zayıflatır. Ancak aşındırma işleminin doğrultusu, yönü, hızı, kesici yüzeyin gren büyüklüğü, kesme derinliği iyi ayarlanırsa materyal üzerindeki olumsuz etkiler azaltılabilir hatta dayanıklılığı artırılabilir. (37, 38)

Aşındırma diskindeki elmas grenlerin etkisi diskte bulunan grenlerin sayısı ile ilişkilendirilmiştir. Her bir çentik, hacmi kadar materyali uzaklaştırırken ısınsal sıkıştırıcı stres oluşturmaktadır. Bu stresler yüzeyin altında birkaç mikron derinliğinde gerilim oluştururken daha derine indikçe sifira yaklaşmaktadır. Ayrıca yüzeye yakın bölgelerdeki sıkıştırıcı stresler, materyalin bükülme direncini arttırmaktadır. Aşındırma işleminin zirkonyum oksit seramiklerde iki farklı etkisinin olabileceğini söyleyebiliriz:

- i. Zirkonyum oksit seramiklerin yüzeyinde oluşan sıkıştırıcı kuvvetler ortalama bükülme direncini arttırmaktadır.
- ii. Stres yoğunlaşmasına neden olan derin yüzey kusurlarına sebep olmaktadır. Bu çatlakların uzunluğu aşındırmayla oluşan yüzey sıkıştırıcı tabakayı geçiyor ise direnç belirleyici olabilmektedir. (6, 38)

2.1.5.3 Asitle Pürüzlendirme

Asitle pürüzlendirme işlemi, seramiklerin yüzey enerjilerini ve bağlantı potansiyelini değiştirerek seramik yapının yüzey alanını ve ıslanabilirliğini arttırmaktadır. Asitle pürüzlendirme ile doymun olmayan oksijen bağlantıları oluşturulmaktadır. Asitle pürüzlendirmenin cam seramiklerin biaksiyel bükülme dayanımını ciddi oranda azalttığı çalışmalarla ortaya konmuştur. (39-41)

2.1.5.4 Lazerle Pürüzlendirme

Lazer ışını; tek renk içeren, doğrultusu sapmayan ve tek faz özellikleriyle diğer ışıklardan ayrılır. Lazer, yüksek güce sahip ve kontrolde tutulabilen bir ışıktır. Farklı renk içermemesi sayesinde etki edilmesi istenen doku ve organlara etki ederken, çevre dokulara zararı düşük oranda olmaktadır. Böylece tıp ve dental uygulamalarda kullanılması oldukça yaygınlaşmıştır.

Bu duruma lazerin doku seçici özelliğinin katkısı da büyüktür. Dental uygulamalarda kullanılan lazerler şu şekilde sınıflandırılabilir:

- i. Yumuşak Doku Lazerleri (CO₂, Nd-YAG, Argon, Diyod)
- ii. Sert Doku Lazerleri (Er-YAG, Er:YAG Lazerler) (9, 10)

2.1.5.4.1 Nd-YAG Lazer

Neodmiyum Lazeri olarak da adlandırılan Nd-YAG lazer, nadir yer elementlerinin uygun ısıl özellikleri olan kristallere katılmasıyla elde edilen ve dalga boyları medikal uygulamalar için uygun olan çok etkili bir lazer çeşididir. Bu lazerlerden, 1064 nm esas dalga boyuyla neodmiyum eklenmiş yitrium alüminyum garnet kristali (Nd-YAG), çokça tercih edilendir. Bu lazer türü dental uygulamalarda birçok tedavi türünde ve doku çeşidinde tatminkar neticeler sunmaktadır. Işığın kalite seviyesi, tam iletkenliği olmayan sistemlere oranla fazlayken, gazla infiltre edilenlere oranla düşüktür. Fakat bu lazer sistemleri, zor olmayan kullanımları olan, dayanımları fazla bakıma fazla ihtiyacı olmayan cihazlardır. Gaz lazer sistemlerine oranla maliyetleri genel olarak daha düşüktür. Bu lazerlerin uygulanımı, lazerlerin genel kullanım kurallarından başka spesifik yetenek ve birikim gerektirmeyen işlemlerdir. (10)

2.1.5.4.2 Er-YAG Lazer

Er-YAG lazer diş hekimliğinde sıklıkla kullanılan bir sert doku lazeridir. Sert dokuda uygulanan lazerler genel olarak minede ve dentinde aşındırma ve kemik operasyonları için etkili kullanım sağlar. Erbiyum eklenmiş yitrium alüminyum garnet kristali (Er-YAG) lazerler günümüzde diş hekimliğinde en fazla kullanılan lazer sistemidir. Bu lazerler, 1997 senesinde Food and Drug Administration (FDA) tarafından çürükleri temizleme, kavitelerdeki düzensizliklerin biçimlendirilmesi, diş yapılarının yüzeylerinde pürüzlü alan oluşturmak amacıyla kullanılması kabul edilmiştir. Bu lazerler, erbiyum (Er⁺³) iyonlarıyla katkılandırılan, YAG temel kristal yapılarından meydana gelmektedir. (10)

2.1.5.5 Plazma Sprey

Plazma; negatif veya pozitif yüklü iyonlardan, elektronlardan ve atom yapılarından meydana gelen yarı gazdır. Bu işlem, gazların kontrol altında ve nitel şekilde iyon haline getirilmesi amacıyla vakumlu bir ortamda yapılır. Gazın plazmaya iyonize edilmesi için kilohertz, megahertz veya mikrodalga aralıklarında olan yüksek frekanslı jeneratörler kullanılmaktadır. Bu teknik çeşitli koşullar ve materyaller üzerinde test edilmiştir. Birçok durumda materyallerde kovalent bağlarla açıklanan gelişmiş bağlantı direnci sağlanmıştır. (6)

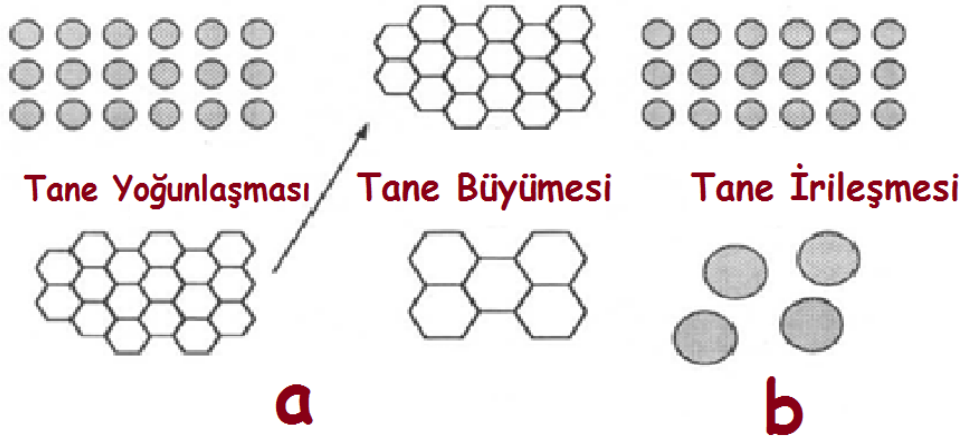
2.2 Sinterleme

Sinterleme, ısı enerjisi vasıtasıyla kontrollü olarak malzemeyi istenilen yoğunluğa getirme işlemidir. Özellikle seramik malzemelerin birçoğuna mikroyapısal olarak istenilen özelliklere ulaştırmak için sinterleme işlemi uygulanır. Sinterleme, malzemeyi oluşturan çekirdek yapısının yüksek ısılarda birbirlerine tutunmasını sağlamaktadır. Bu bağlantı, materyalin erime derecesinin altındaki katı haldeki atomik hareketlenmeyle oluşur. Sinterleme işlemiyle tanecik boyutu, yoğunluğu, gözenek dağılımı gibi yapısal özellikler ayarlanabilir. (42)

Sinterleme sıcaklığı, uygulanan basınç, ortalama tane büyüklüğü, gaz atmosferi gibi kontrol altında olan değişkenler malzemeyi doğrudan etkilerken; tane büyüklüğü, paketlenme yoğunluğu gibi kontrol edilmesi zor parametrelerin de malzeme yapısına önemli etkileri olmaktadır. Belli bir hacimde bulunan yüzeyel enerji tanecik büyüklüğü arttıkça azalmaktadır. Bu sebeple, yüzeyel alanı fazla olan düşük boyuttaki taneciklerin sinterleme prosedürleri daha hızlı tamamlanır. Ancak, yüzey enerjisinin tamamı sinterlenmeye harcanmaz. Boyun bölgesinde oluşan büyüme yüzey enerjisinin azalmasına sebep olurken, parçacık sınırı enerjisi yükseltir. Bu durumun sebebi, yüzeyel enerjideki düşmenin parçacık teması enerjilerindeki yükselmeden daha fazla olmasından ötürüdür. (42)

Sinterleme işleminde esas oluşturmayan yardımcı unsurlar bulunmaktadır. Bunlar yüzey eğrilikleri, eğrilik kaynaklı oluşan yüzey basınçları ve kimyasal reaksiyonlar olarak tanımlanır. Eğri yüzeyler birbiriyle temas ettikçe boyun verme başlar ve yüzey enerjisi azalırken, tane büyümesi gerçekleşir. Tanelerin birbiriyle temasıyla birlikte yüzey enerjisi azalır tane sınırları yeniden oluşmaya başlarken yapıdaki boşluklar erimeye ve taneler

birleşmeye başlar. Yüzey enerjisi azalırken daha büyük taneler ve tane sınırları yeniden oluşur. (42) (Şekil 2.5)



Şekil 2.5: Sinterleme tane mekanizması

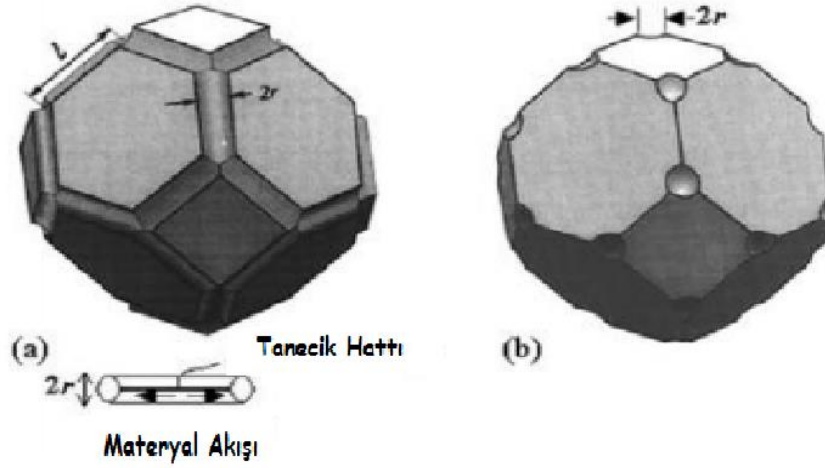
a) tane yoğunlaşması ve büyümesi b) tane irileşmesi (42)

Kavisli iki tane yüzeyi temasında iç bükey yüzeylerde negatif gerilme oluşurken, dış bükey yüzeylerde ise pozitif gerilmeler meydana gelir. Böylece sinterleme işlemi sırasında iç bükey yüzeyler basma gerilmesi, dış bükey yüzeyler ise çekme gerilmesi ile yüklenir. Bu gerilmelerin oluşumuyla parçacık sınırları yeniden şekillenir ve uzar. Moleküller arasındaki boşluklar sinterlemede yok edilebilirse olumlu bir etki yaparken, yok edilemezse moleküller arasında boşluk olarak bulunur, ayrıca boşluklar içinde gaz varsa bu durum yoğunlaşmayı da durdurabilir. (42)

Sinterleme genel olarak katı-hal, sıvı-faz ve basınç yardımlı olarak üçe ayrılır. (15)

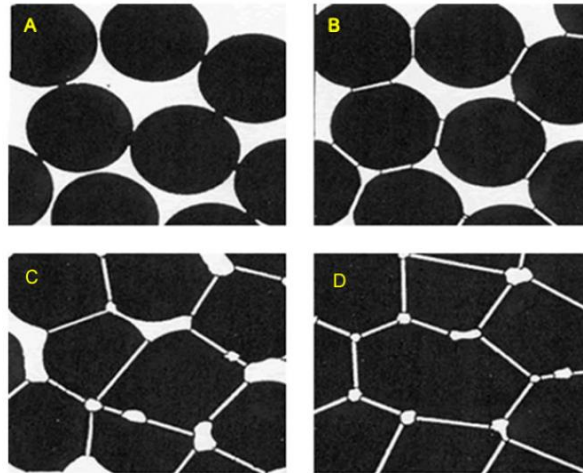
2.2.1 Katı Hal Sinterleme

Katı hal sinterleme işleminin temelini yüzey enerjisinin azaltılması oluşturur. Atomların anormal hareketleri sırasında, yapılarındaki boşluklar doldurulur (şekil 2.6). Ergime sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta katı halde bulunan atomik taşınma ile taneciklerin arasında bağ oluşturma işlemine katı hal sinterlemesi denilmektedir. (15)



Şekil 2.6: Sinterlemenin ortasında ve sonunda şematik tane şekilleri (43)

Sinterleme esnasında birbiri ile temas halinde olan iki molekül arasında birçok sayıda kontak noktası vardır. Sinterizasyon sürdükçe temasta olan tanecikler arasında bağlantı büyüyerek birleşmeye başlar. Her temas noktasında bir tanenin sınırı büyür ve katı-buhar ara yüzeyinde yerini alırlar. Uzun süre sinterleme iki taneciğin tümüyle birleşerek çapları başlama noktasının 1,26 katı olan tek küresel tanecik oluşturmasına yol açar. Sinterlemenin başlangıcı, moleküller üzerinde birkaç noktada birbiriyle bağımsız olacak şekilde boyun büyümesi ile tanımlanır. (Şekil 2.7) (15)



Şekil 2.7: Katı hal sinterleme aşamaları (15)

2.2.2 Sıvı-Faz Sinterleme

Bu işlemde sıvı bir faz katı bir toz kümesiyle aynı anda aynı ortamda bulunur. Bu durum özellikle ergime noktaları birbirinden çok farklı malzemelerin sinterlenmesinde görülür. Genellikle sıvı faz, sinterleme esnasında parçacıklar arası bağ oluşumu mekanizmasını artırır. Katı parçacıklar arasındaki sıvı faz tarafından meydana getirilen yayınımdan ötürü, kimyasal homojenleşme sıvı faz sinterlemesi sırasında daha hızlıdır. Sıvı faz sinterleme için minimum gerekli şartlar şunlardır;

- i. Düşük ergime sıcaklığına sahip bir sıvı
- ii. Katının bu sıvı içerisinde çözünürlüğü
- iii. Katı tanelerin sıvı tarafından ıslatılmalarıdır. (15)

Sinterleme mekanizması tümüyle materyalin taşınmasına dayanır ve atom yapılarının yayınımları yüzeysel ve hacim olarak viskozitesi yüksek bir akış kapsamaktadır. Sıvı-faz sinterlenmesinde sıvı fazın miktarı en az seviyede tutulur ve miktarı hiçbir zaman %20'den fazla olmaz. Sıvı faz sinterlemede seramikten oluşan yapıların alçak sıcaklıklarda ve uzun olmayan zamanlarda sinterlenme olasıdır. Ancak, bu prosesle üretilmiş malzemelerin yüksek sıcaklıklarda kullanılması uygun değildir. Bu sebepten dolayı refrakter özellikler aranmayan elektronik seramik sistemlerin oluşturulması amacıyla kullanılabilen bir tekniktir. (15)

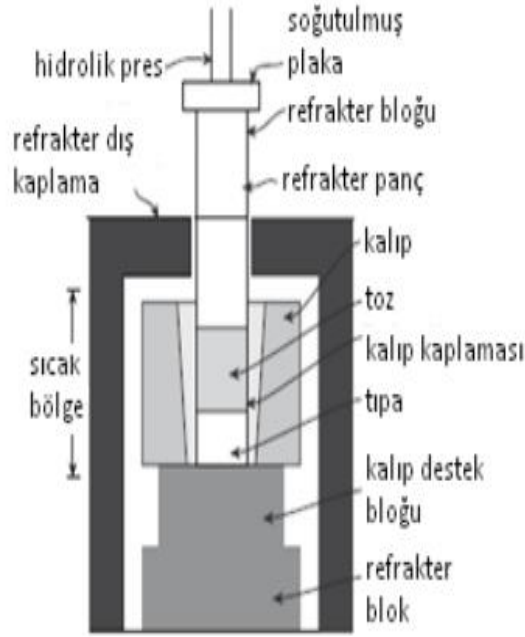
2.2.3 Basınç Yardımlı Sinterleme

Malzemende yeterli miktarda yoğunlaştırma sağlamak için sinterleme esnasında malzemeyi basınç altında tutmak etkili bir yöntemdir. Uygulanan basınç tane büyümesi hızını etkilemeden yoğunlaşmayı sağlar. Fakat bu sistem üretim maliyetlerini artırır. Basınç uygulanan sinterizasyon teknikleri, genellikle basınç uygulanmayan sinterizasyon tekniklerine oranla daha başarılı sonuçlar vermektedir ve güncel materyallerin araştırmaları ve geliştirilmelerinde sıkça uygulanan bir yöntemdir. (44)

2.2.3.1 Sıcak Pres

Densiteyi yükseltme işlemini daha etkin hale getirmek amacıyla basınçla birlikte bir baskının uygulanması çokça kullanılır. Sıcak preslemenin uygulandığı teknikler, sıcaklık ve

basınç etmenlerinin birleştirilmesiyle hızlı ve kontrollü yoğunlaşma amacıyla uygulanır. Yoğunlaşma oranlarının geliştirilmesi konvansiyonel sinterizasyona kıyasla sıcak pres sinterlemede daha düşük sıcaklık derecelerinde sinterleme ve daha hızlı sinterizasyon zamanının oluşmasını sağlar. Sıcak presleme, gerilme destekli yoğunlaşmaya dayanır. Bir kalıp içinde tek eksenli bir sıkıştırma uygulanarak yapılır. Sıcak presleme sırasında başlangıçtaki dens hale gelme, taneciklerin tekrar düzene girmesi ve parçacık bağlantı noktalarındaki plastik akışla olur. Sıcaklık kritik bir faktördür ve küçük tane boyutları yoğunlaşmaya yardımcı olur. Sıcak presleme, kalıpla sıkıştırmaya oranla daha yavaştır. Büyük ısı kütlelerinden dolayı bir sinterleme döngüsü saatlerle hesaplanır. En yüksek sıcaklık kalıp malzemesine bağlıdır ve 2200°C'ye kadar olabilir. Uygulanan en yüksek basınç ise 50 MPa' ya kadar çıkar. Parçanın kirlenmesini azaltmak için çoğunlukla proses vakumlu bir ortamda yapılır. (Şekil 2.8) (15, 44, 45)

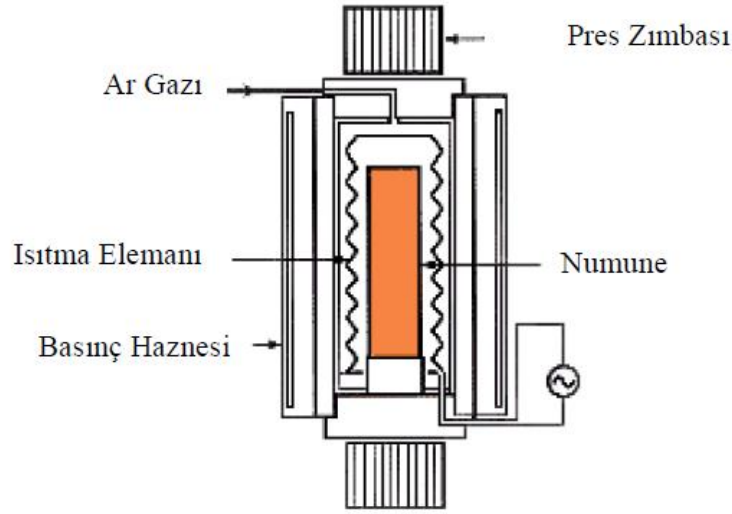


Şekil 2.8: : Sıcak presleme sistemi (45)

2.2.3.2 Sıcak İzostatik Presleme

Sıcak izostatik presleme günümüzde hızla yaygınlaşan basınçla desteklenen sinterizasyon yöntemidir. Tozları tam yoğunlukta sıkıştırmanın yaygın bir yolu çoğunlukla HIP olarak kısaltılan sıcak izostatik preslemedir. Basıncı tek eksen üzerinden uygulayan sıcak presleme

ve kıvılcımlı sinterlemenin aksine, sıcak izostatik presleme basıncı bütün eksenlerden aynı anda uygular. HIP’de 2200 °C’ye kadar sıcaklıklar ve uygulanan basınç 150-200 MPa’dır ve bu değer sıcak preste uygulanan basınç değerlerine (20-50 MPa) göre daha fazladır. Ancak kinetik veri HIP’de kolayca elde edilemez. Çoğu seramik için veri son yoğunluğa sahip değerlerle kısıtlanmıştır. Bu değerler belirli bir zaman aralığında izotermal sıcaklıkta ve belirli bir basınçta alınır. (Şekil 2.9) (15, 45)

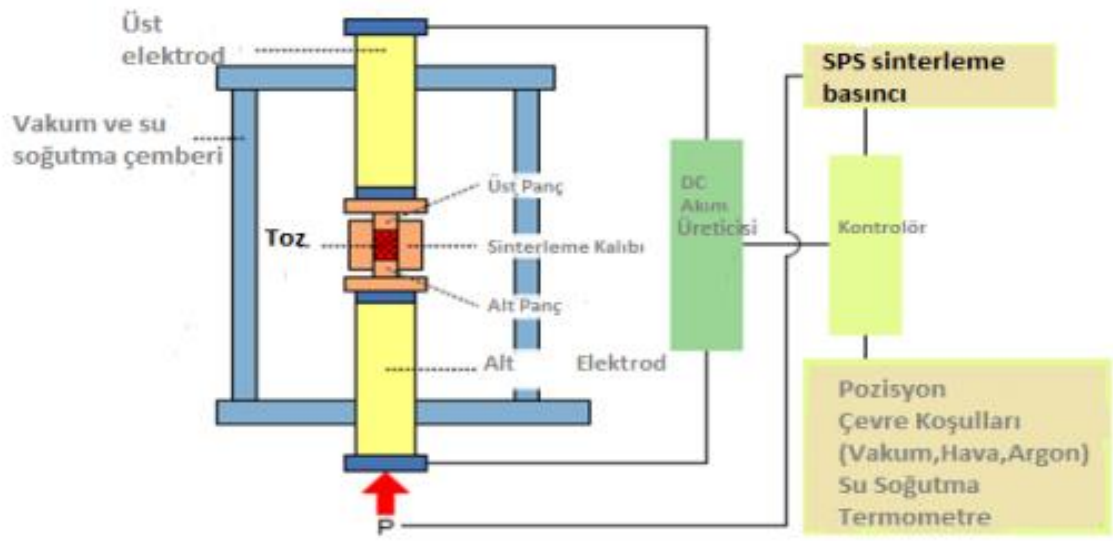


Şekil 2.9: Sıcak izostatik presleme (15)

2.2.3.3 Spark Plazma Sinterleme

Spark plazma sinterleme yöntemi 90’lı yıllardan itibaren sıcak pres yöntemi geliştirilerek darbeli doğru akım uygulanmasıyla keşfedilmiştir. Spark plazma sinterleme, toz partiküllerini elektrik enerjisi ile yükleyerek düşük sıcaklıkta ve kısa sürede tozların bağlanmasını sağlayarak daha yoğun bir malzeme elde edilmesini sağlar. Spark plazma sinterleme, geleneksel yöntemlerle sinterlemeneyen metal, seramik ve kompozitlerin üretimi için uygulanabilen yeni bir toz sinterleme yöntemidir. Bu proseste daha kısa zamanda tam yoğunlaşma sağlamak amacıyla uygulanan eksensel mekanik basınç ile hızlı ısıtma sağlamak için örnek/ kalıp /baskı düzeneğinden geçen elektrik akımı kullanılır. Sinterlenmek istenen toz karışımı grafit kalıp/baskı düzeneğine aktarılır, kalıp ve baskılar için grafit kullanımının

sebebi grafitin 100 MPa'ya kadar sinterleme sırasında uygulanabilen maksimum basıncı sağlayabilmesidir. Elektriksel olarak iletken olmayan tozlar için ısıtma kalıplardan ısı transferi ile sağlanır. İletken olan tozlarda ısı joule ısısına bağlı olarak direkt olarak üretilir. (15, 45, 46) SPS sisteminin sıcak pres ve sıcak izostatik pres gibi geleneksel yöntemlere göre proses kolaylığı, enerji ve sinterleme sıcaklığının tam kontrolü, yüksek verimlilik, güvenilirlik ve güvenlik gibi birçok avantajı bulunmaktadır. (Şekil 2.10) (46)



Şekil 2.10: Spark Plazma Sinterleme şematik görünümü (46)

2.3 Hızlı Sinterleme Teknikleri

Hızlı sinterizasyon yöntemlerine örnek olarak İndüksiyonla sinterleme, mikrodalga sinterleme, plazma sinterleme ve lazer sinterleme verilebilir. (47)

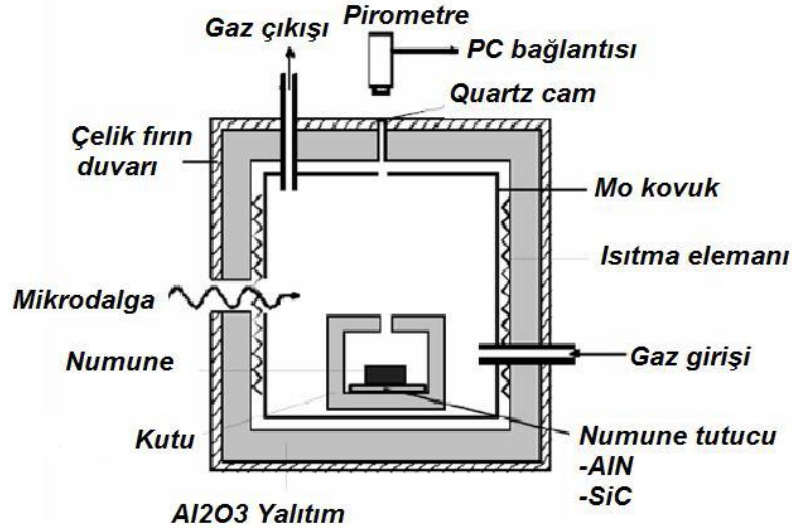
2.3.1 İndüksiyonla Sinterleme

İndüksiyonla sinterleme, değişken akım taşıyan içerisinde soğutma suyunun da geçtiği iletken bakır bobin ile oluşan akımın, toz malzeme içinde manyetik alan oluşturması esasına

dayanır. İndüksiyon sinterizasyon tekniğinde uygulanan frekans 50 Hz ile 50 kHz arasında bulunabilir. Yalıtılan materyallerde, indüksiyon bobini içinde manyetik akıyı çekecek farklı bir iletken madde kullanılır. Bu sistemin en belirgin özelliği hızla bir ısıtma gerçekleştirilmesidir. Isıtılacak materyali tek seferde ısıtmaktadır. Isı aktarımı diğer ısıtma programlarından 3000 kat daha etkilidir. Bu sistemin kullanılan program sıklığına göre etkinlik derinliği değişkenlik gösterir. Demir tarzı iletkenliği çok olan materyaller hızlı bir şekilde ısınırken iletken olmayan malzemelerin ısınması daha uzun sürer. Bütün toz materyaller bu yöntemle sinterizasyonda numune olabilirler. Sıcaklıkta avantajlı olmasına rağmen bu sinterleme işlemi günümüzde sık kullanılmaz. (47)

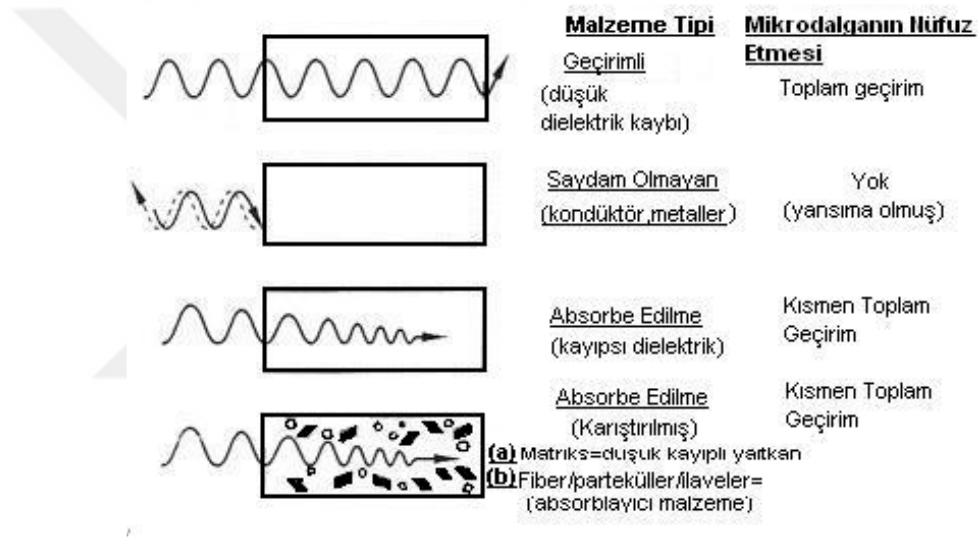
2.3.2 Mikrodalga Sinterleme

Seramiklerin sinterlenmesinde sıkça kullanılan mikrodalga ile sinterleme yöntemi elektro magnetik dalgaların çok yüksek frekansta üretimiyle gerçekleşir. Evlerde kullanılmakta olan mikrodalgalardan daha güçlü fırınlarla, seramikler ve metal materyaller sinterlenebilir. (şekil 2.11) (47)



Şekil 2.11: Mikrodalga sinterlemenin şematik gösterimi (47)

Mikrodalga sinterleme fırını 9 kW gücü ve 2,45 GHz frekansı bulunan bir cihazdır. Bu fırın hem geleneksel hem de mikrodalga sinterizasyon yapabilir. Dakika başına 5 Kelvin sıcaklık artışıyla çalışır. Materyalin daha fazla mikrodalga frekansı kullanması amacıyla altlık kullanılmaktadır. Ek olarak sıcaklığın cihazda dağılarak azalmasını önlemek amacıyla materyal bir kutuda sinterlenmektedir. Mikrodalgayla materyallerin atomik hareketlenmesiyle ısı artışı oluşur. Isı artışı miktarı, materyalin üzerine direkt şekilde mikrodalğanın temas etmesine ve materyallerin dielektrik çeşidine bağlı şekilde değişebilir. Mikrodalga kullanılarak gerçekleştirilen sinterleme işlemleri sonrasında daha ince taneli ürünler elde edilirken klasik sinterleme ile karşılaştırıldığında daha yoğun ve daha güçlü malzemeler elde edilmektedir.(Şekil 2.12) (48)

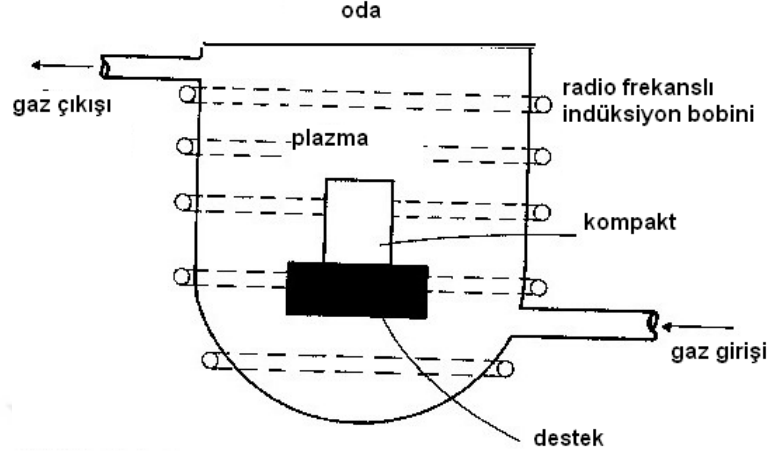


Şekil 2.12: Malzemenin Mikrodalga ile Etkileşimi (48)

2.3.3 Plazma Sinterleme

Plazma sinterleme, mikrodalgayla sinterizasyona benzeyen bir işlem olsa da, plazma kendine has ısı ortamıyla birlikte hızlı bir şekilde sinterizasyon işleminin tamamlanmasını sağlamaktadır. Bu işlemde genellikle Al_2O_3 , SiC , ve ZrO_2 gibi seramiklere uygulanabilen alçak basınçlı gaz ortamında çekirdekteki elektronların, indüksiyon veya mikrodalga akımlarının uygulanmasıyla plazma sinterleme meydana gelir. Bu sinterleme prosesinde yüksek sıcaklık olası olduğundan hızla ısıtılmaya, düşük güç kayıpları meydana gelmektedir. N_2, H_2 gibi poliatomik gazlar ısıtmaya yardımcı olur. Örneğin zirkonya-yitriya kompozisyonu

%93 yoğunluğa ulaşması için 2,5 dakika oksijen-argon atmosferi altında mikrodalga ısıtma uygulanaşıyla plazma sinterizasyon yapılmıştır. (Şekil 2.13) (47)



Şekil 2.13: Plazma sinterlemenin şematik gösterimi (47)

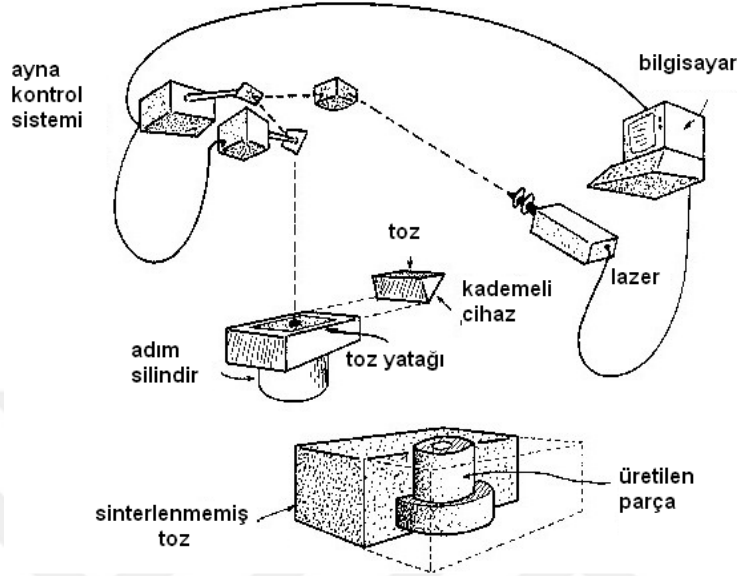
2.3.4 Lazer Sinterleme

Bu yöntemde, düzgün ve ince bir katman halinde yayılan ısıyla kaynaşabilen madde lazer ışınıyla yüzeye uygulanarak taranır. Işının temas ettiği bölgedeki madde oluşan ısı artışıyla eriyerek/sinterlenerek temas ettiği diğer taneciklerle kaynaşır. Daha sonrasında alt yüzeydeki platform, bir tabaka yüksekliğinde aşağıya indirilir. Bütün katmanların yapımı amacıyla bu proses istenilen üretim tamamlanana dek sürerek, üretim aşamasında destek oluşturan serbest tozlar, fırçayla ya da vakumlu bir sistemle temizlenip üretilen kısım tabla üzerinden çıkarılır. (Şekil 2.14) (49)



Şekil 2.14: Lazer ışınının toz alaşımına uygulanması

Lazer ışınları malzemede temas ettiği bölgede 2400 °C' ye kadar sıcaklık artışı sağlayabilmektedir, bu malzemelerde ergime, bağlanma ve camsı pürüzsüz yüzey elde edilmesini sağlar.(Şekil 2.15) (47)



Şekil 2.15: Lazer sinterlemenin şematik şekli (47)

2.4 Dental Seramikler

Seramik kelimesi yunancada “keramikos” kelimesinden türetilmiştir. Seramiğin dental kullanımdaki ilk patenti, 1789’da Fransız diş hekimi Chamont, Duchateau’la beraber almıştır. Seramik malzemeler, sertlikleri, renklerindeki stabilizasyonları, aşınmaya karşı dayanıklı olmaları, ısıyı çok iletmemeleri, canlı hücrelerle uyumlu olmaları ve dental estetiği sağlamadaki başarılarından ötürü dental kullanımda çok elverişli maddelerdir. Isıyı ve sıcaklığı iletmeleri ve ısıl genleşme katsayısı, dental doku katmanlarının değerlerine çok yakındır. Baskılara karşı dirençleri fazla (350–550 MPa) olmakla beraber, gerilmeye karşı dayanımları yüksek değildir (20–60 MPa). Geleneksel seramiğin yapısı temel olarak, camsı fazı sağlayan feldspar (% 70-80 oranında), doldurucu görevi yapan silika (SiO₂) yapısındaki kuartz (% 10-30 oranında) ve porselen hamuruna elastikiyet veren kaolinden (% 0-3 oranında) oluşmaktadır. Materyalin ışık geçirgenliğinin, kimyasal stabilitesinin, baskıya karşı fazla

dayanım göstermesi ve ısıl genleşme katsayılarının mine ve dentine benzer seviyelerde olması, bununla birlikte biyouyumlu oluşu olumlu özellikleridir. (9, 50, 51)

Dental seramiklerin başarısızlıkları, yapılarındaki küçük boşluk ve çatlak gibi kusurlardan kaynaklanmaktadır. Tekrarlayan yüklemeler, artık stresler ve oral sıvıların doğal koroziv etkisiyle seramik yapısındaki bu küçük çatlaklar büyüyerek seramikte kırılmalara neden olurlar. Fırından çıkarılan seramiğin dış yüzeyi, soğuma esnasında, termal iletkenliğin düşük olmasına bağlı olarak iç yüzeyden daha hızlı soğumaktadır. Bu sebeple dış yüzey, başlangıçta iç taraftan daha çok küçülmeye uğrar ve böylece dış tabakada sıkıştırıcı bir kuvvetle birlikte iç tabakada gerilmeler oluşur. Bu gerilme etkisine karşı duramayan iç tabakada mikroçatlaklar oluşur. Daha düşük genleşme katsayısına sahip olan glazür uygulaması, yüzeyde oluşan çatlakları doldurarak dış yüzeyin sıkışmasını azaltır. Fakat bu proses, seramiğin iç kısmındaki uyumu bozacağından protezin iç temas alanında uygulanmaz. (50)

2.4.1 Dental Seramiğin Yapısı

Diş hekimliğinde kullanılan seramik materyaller silikadan oluşan toprağa benzer malzemelerdir. Diş hekimliğindeki seramik sistemlerin temel yapıları feldspar, kuartz ve kaolindir. Buna triaksiyel seramik yapısı da denmektedir. Diş hekimliğindeki seramikleri diğer seramiklerden ayıran temel fark içlerindeki kaolin oranlarıdır.

2.4.1.1. Feldspar ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$)

Seramik içerisinde %75-85 seviyesinde yer alan feldspar diş hekimliğindeki porselenlerde temel yapısal bileşeni oluşturur. Porselenlere radyolüsentlik sağlayan, bakış açısına göre saf ve rengi olmayan bir materyaldir. Seramiğin fırınlanmasında 1100 ve 1300°C arasında katı halden sıvı hale geçerek kuartz ve kile matriks yaratır. Natürel feldspar saf değildir, potas ve sodayla farklı seviyelerde karışmış şekilde bulunmaktadır. Bu materyaller restorasyon morfolojisinin ve yüzeydeki ayrıntıların yok olmasına engel olarak, kronal yapıya gerçekçi bir görünüm sağlar.

2.4.1.2. Kuartz (Silika, SiO₂)

Silisilik anhidrit olarak da bilinen kuartz matriks ierisini doldurmayla gorevlidir ve % 10 ila 30 oranlarında bulunmaktadır. Katıdan sıvıya 1700 °C’de geen kuartz, diř hekimliėinde kullanılan seramiklere destek olur, piřmenin ardından oluřabilecek boyutsal daralmaları nleyerek, dayanımı yukseltir, ısısıl genleřme katsayısının kontrolnde yardımcı olur. Bunlarla birlikte seramiėe translsent yapı saėlar. Ancak seramik ierisine fazla oranda eklenmesi iřıėın geirilme seviyesini dřrr.

2.4.1.3. Kaolin (Al₂O₃.2SiO₂.2H₂O)

Kaolin bir alminyum hidrat silikatı (Al₂O₃SiO₂H₂O)’dır. İnce, yumuřak ve kilsli bir maddedir. Isıya olduka dayanıklı olup, 1800 °C’de erimektedir. Sıcaklıėı yukseldiėinde kurur ve yapıřan yapısıyla birlikte diėer seramik bileřenlerin birbirleriyle baėlanmasını arttırır. Dolayısıyla porselenin maniplasyonunda destekleyici rol vardır. Seramikte opaklıėa neden olduėu iin diř hekimliėinde kullanılan seramikte %3-5 oranında kullanılır. Dental porselenle diėer porselenler arasındaki asıl farklılıkta bu orandan meydana gelir.

Yukarıda adı geen temel materyallerin yanında akıřkan maddeler veya cam modifiye ediciler, ara oksitler, deėiřik renk pigmentleri, porselene opaklık ya da lminisans zellik veren malzemeler de porselinin ieriėine katılmıřtır. (52)

2.4.2 Dental Seramiklerin Sınıflandırılması

Gnmzde birok seramik sistemi diř hekimliėinde sıklıca kullanılmaktadır. Tam seramik restorasyonlar iin deėiřik sınıflandırmalar mevcuttur. Farklı parametrelere gre dental seramiėin sınıflandırılması ařaėıda belirtilmiřtir. (izelge 2.2)

Çizelge 2.2: Dental Seramiklerin Sınıflandırılması (53)

| Dental Seramiklerin Sınıflandırılması |
|---|
| <u>Mikroyapısal Sınıflandırma</u> 1) Cam bazlı sistemler (genellikle silika) 2) Kristallerle güçlendirilmiş cam sistemler (lösit veya yüksek dayanımlı diğer kristaller) a) Düşük lösit içerikli feldspatik cam seramikler b) Yüksek lösit içerikli (yaklaşık %50) cam seramikler (IPS Empress) c) Lityum disilikat içeren cam seramikler (IPS e.max preslenebilir ve kesilebilir seramikler) 3) Cam dolduruculu kristal sistemler (alümina) 4) Polikristal sistemler (alümina ve zirkonya) |
| <u>Üretim Tekniğine Göre Sınıflandırma</u> 1) Toz/likit cam seramik sistemleri 2) Preslenebilir sistemler 3) CAD/CAM sistemleri |
| <u>Kompozisyonuna Göre Sınıflandırma</u> 1) Silikatlar 2) Oksit seramikler 3) Cam seramikler |
| <u>Tipine Göre Sınıflandırma</u> 1) Feldspatik porselenler 2) Alumina porselenler 3) Cam içeren aluminai cam içeren irkonya 4) Cam seramikler |
| <u>Fırınlama Derecesine Göre Sınıflandırma</u> 1) Ultra düşük ısı <850 °C 2) Düşük ısı 850-1100 °C 3) Orta ısı 1101-1300 °C 4) Yüksek ısı >1300 °C |
| <u>Alt Yapı Metaline Göre</u> Döküm metal, Baskı MetalCam, Sinterlenen kor seramikleri CAD/CAM porselenler (metal alaşım olarak altın, demir, indiyum, titanyum, platin, palladyum, nikel ve krom kullanılabilir) |
| <u>Güçlendirme Metoduna Göre Sınıflandırma</u> Güçlendirilmiş Kor Sistemler Rezin bazlı Seramikler Metal Seramikler |

2.5. Diş Hekimliğinde Sık Kullanılan Mekanik Test Yöntemleri

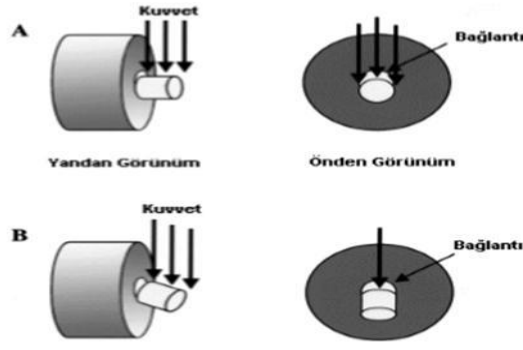
- i. Burma testi
- ii. Makaslama Testi
- iii. Mikro Makaslama Testi
- iv. Çekme Testi
- v. Mikro Çekme Testi
- vi. Eğme Testleri
- vii. Üç Nokta Eğme Testi
- viii. Dört Nokta Eğme Testi
- ix. Biaksial Eğme Testi (9)

2.5.1 Makaslama Testi

Dayanıklılık, dental restorasyonların klinik başarısını etkileyen önemli bir faktördür. Kırılgan yapılarından dolayı seramik malzemelerin dayanıklılık testlerinin yapılması çok önemlidir.

Seramik sistemlerde altyapı materyali ile üstyapı porseleni arasındaki bağlantı direncinin değerlendirilmesinde kullanılan en temel testlerden biri makaslama bağlanma dayanımı testidir. Bu test birbirine bağlanan iki materyalin arasındaki ayrılma gerçekleşene kadar kuvvetinin uygulanması şeklinde tanımlanır. Oldukça basit, uygulaması kolay ve hızlı sonuç alınabilen bir testtir. Bir *in vitro* test olan makaslama bağlantı testinin kliniğe olan yararlarının artırılması için standardize edilmelidir. Substratın tipi, saklama koşulları, örneğin hazırlanması, yükleme uygulama oranı, kesitsel yüzey alanı ve araştırmacıların deneyimleri gibi faktörler göz önüne alınması gereken önemli faktörlerdir. Bu konuların bazıları için parametreler 1994'de ISO standartları tarafından belirlenmiştir. (10)

Makaslama bağlanma dayanımı testinde kullanılan başka bir değişken de, materyale uygulanacak kuvvetin uygulanımında kullanılan hızdır. Kolay kırılan materyallerde kuvvetin uygulanma hızının elastik malzemelere uygulanım hızından alçak olması gerekmektedir. Bağlanma testlerinde yük uygulama hızı genellikle 0.5 mm/dak olarak tercih edilmektedir. (Şekil 2.16) (9, 10)



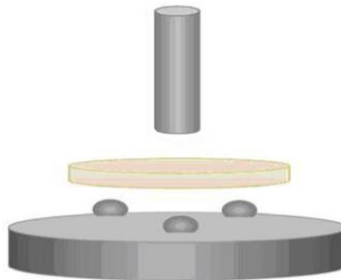
Şekil 2.16: Makaslama Bağlantı Dayanımı Testi Şematik Görünümü

2.5.2 Üç Nokta Eğme Testi

Bükülmeye karşı dayanım esas olarak, uç kısımlarından desteklenen barsı yapıya ya da materyalin alt kısmından materyalin boyutlarından küçük bir çemberle desteği oluşturulan kalınlığı fazla olmayan disk şeklindeki örneğe ortasından durağan kuvvet uygulanımıyla gerçekleşen bir dayanım testi olarak tanımlanır. Disk yapısındaki numunelerin test edilmesi biaksiyal bükülmeye karşı dayanım şeklinde yapılır ve çoğunlukla seramikten oluşan malzemelerde kullanılır. Örneklerin önceden hazırlanan çubuk şekilli yapılarının test edilmesi üç nokta bükme testi diye adlandırılır ve aşağıdaki formülizasyonla hesaplanır:

$$\sigma = 3Pl/2b^2$$

Bu formülizasyonda σ bükülmeye karşı dayanımı, l desteklerin arasındaki uzaklığı, b numunenin enini, d numunenin kalınlık miktarını ve P materyalin kırılma sırasında oluşan en yüksek yükün miktarını tanımlamaktadır.(Şekil 2.17) (54)



Şekil 2.17: Üç nokta eğme testi şematik görünümü

2.6 Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Analizi

Elektron mikroskopu (EM) görüntü oluşturmak ve ayrıntılı inceleme yapmak için elektronları kullanılan bir mikroskop türüdür. Işık mikroskopu ile (IM) kıyaslandığında EM yüksek sayıda avantaja sahiptir. IM sisteminde çoğunlukla renklendirilmiş preperat örnekleri ışığın, numuneden geçirilmesi yoluyla analiz edilerek, tıpta, bilimsel çalışmalarda, mühendisliğin dalları ve daha birçok yerde kullanılmaktadırlar. Fakat atom tarzı boyutu büyük olmayan yapıları gözlemlememiz açısından ihtiyaç duyulan yüksek büyütme seviyelerini sağlayamazlar. EM’ da ise IM’ nin tersine aydınlık sağlayan yapı olarak ışığın yerine vakumla hızlandırılan elektronların kullanılması yüksek çözünürlüklü büyütme sağlar. Görüntülerin kalite seviyesi, net olması ve detayları gösterebilmesi çözünürlüğe bağlıdır, IM’nun çözünürlük seviyesi 0,5-1 mikronken EM’da bu seviye 2-20 angstromdur.

EM’nun, Transmission Electron Microscopy (TEM) ve Scanning Electron Microscopy (SEM) olarak iki esas çeşidi bulunmaktadır. Çokça kullanımı olmayan Scanning Transmission Electron Microscopy (STEM) da üçüncü bir çeşidi şeklinde bilinen cihazlardır. (55)

2.7 X-Ray Difraksiyon (XRD) Analizi

Materyallerin atomsal yapılarının görüntülenmesi, yüksek çözünürlüklü birçok farklı elektron mikroskoplarıyla yapılabilmektedir. Ancak tanımlanmayan malzemeleri belirlemek ya da yapılarındaki değişkenleri gözlemlemek amacıyla kırınma yöntemleri kullanılmaktadır. Katı malzemelerin kristalize yapılarının incelenmesi amacıyla yaygın olarak kullanımda olan kırınma yöntemi X ışınının kırınımıyla yapılmaktadır. Bu yöntemin ayrıntılı film analizlerine uyumlu olması, esas olarak iki sebebe bağlıdır;

- i. X-ışınlarının dalga boyları, densitesi yükseltilmiş malzemedeki atomsal aralıklar ölçülerindedir bu durum, materyallerin yapılarının araştırılmasında kullanımı sağlamaktadır.
- ii. X-ışını saçılma yöntemleri, analizi yapılan örnekte bir değişiklik oluşturmaz.

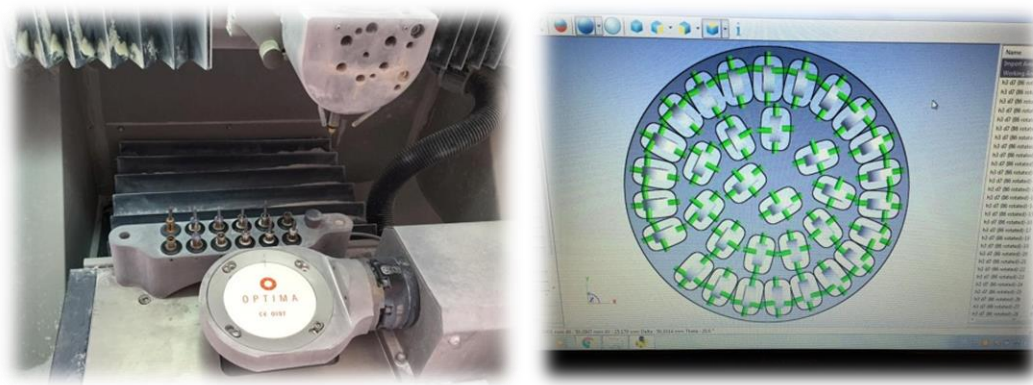
X-ışını difraksiyon (XRD) tekniği ile maddenin kristalize yapısı, kristaldeki alanların şekil ve büyüklüğü, atomik yapılar arası uzaklıklar ve tek kristal ya da tanelerin yönelim durumu belirtilebilir. Birçok materyalin periyodik yapı göstermesi, kristalde bulunan atomların arasındaki mesafenin X-ışını dalga boyu seviyesinde olmasından ötürü kristaldeki yapıyı aydınlatılmasında bu yöntemin kullanımını desteklemiştir. (56, 57)

3. MATERYAL VE METOD

Çalışma numunelerinin üretilmesi Cumhuriyet Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Araştırma Laboratuvarı ve Cumhuriyet Üniversitesi Protetik Diş Tedavisi Bölümü'nde; hızlı sinterleme işleminin uygulanması Sirona Dental Ltd.Şti Ataşehir/İstanbul bayisinde; SEM ve XRD analizleri ise Kayseri Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde uygulanmıştır.

3.1 Zirkonya Örneklerin Hazırlanması

Çalışmada bağlanma deneyleri için 3 mm yüksekliğinde 7 mm çapında, üç nokta bükme testi için 1,3 mm yüksekliğinde 15 mm çapında olmak üzere iki farklı ebatlarda örnekler 3Y-TZP bloklardan (Optimadent, Portland) elde edilmiştir. Örneklerin elde edilmesinde CAD (Dental wings, Canada) ve CAM (Yenadent D40, İstanbul, Turkey) üniteleri kullanılmıştır. CAD/CAM cihazı kesim öncesi kalibrasyon frezi ile kalibre edilmiştir. (şekil 3.1, 3.2, 3.3, 3.4, 3.5)



Şekil 3.1 ve 3.2: Zirkonya bloğun CAM ünitesindeki görünümü ve CAD sistemi üzerinde yapılan çizim



Şekil 3.3, 3.4 ve 3.5: CAM ünitesi kalibrasyon frezi, CAM ünitesi ve üretim sonrası kazınan zirkonya blok

Elde edilen zirkonya örnekler klasik ve hızlı sinterleme işlemlerine tabi tutulmuştur. Klasik sinterleme 1480 °C’de 3 saat bekletilecek şekilde toplamda 10 saat (Protherm, Ankara, Türkiye), hızlı sinterleme ise 1510 °C’de 30 dakika bekletilecek şekilde toplamda 2 saat (Sirona iFire HTC Speed) olarak uygulanmıştır. (Şekil 3.6, 3.7 ve Çizelge 3.1, 3.2)



Şekil 3.6 ve 3.7: Protherm ve Sirona iFire HTC Speed sinterleme fırınları

Çizelge 3.1: Protherm Sinterleme Prosedürü

| Proses | Başlangıç Derecesi (°C) | Bitiş Derecesi (°C) | Süre (dk) | Isınma Hızı (°C/dk) |
|---------|-------------------------|---------------------|--------------|---------------------|
| Aşama 1 | 0 | 300 | 30 | 10 |
| Aşama 2 | 300 | 1000 | 90 | 7.7 |
| Aşama 3 | 1000 | 1480 | 180 | 2.6 |
| Aşama 4 | 1480 | 1480 | 180 | bekleme süresi |
| Aşama 5 | 1480 | 800 | 90 | 7.5 |
| Aşama 6 | 800 | 121 | doğal soğuma | |

Çizelge 3.2: Sirona iFire HTC Speed hızlı sinterleme prosedürü

| Proses | Başlangıç Derecesi (°C) | Bitiş Derecesi (°C) | Süre (dk) | Isınma Hızı (°C/dk) |
|---------|-------------------------|---------------------|--------------|---------------------|
| Aşama 1 | 0 | 300 | 5 | 60 |
| Aşama 2 | 300 | 1000 | 10 | 70 |
| Aşama 3 | 1000 | 1510 | 15 | 34 |
| Aşama 4 | 1510 | 1510 | 30 | bekleme süresi |
| Aşama 5 | 1510 | 600 | 30 | 30.33 |
| Aşama 6 | 600 | 273 | doğal soğuma | |

3.2 Zirkonya Örneklerinin Yüzey İşlemleri

İki farklı sinterleme protokolü uygulanan örnekler iki alt gruba ayrıldı. Her iki alt grup ise kendi içerisinde 10 örnekten oluşan 4 gruba daha ayrılarak toplamda 80 örnek hazırlandı. Yüzeyine porselen uygulanacak zirkonya alt yapılar kuşlama, Nd-YAG lazer ve Er-YAG lazer ile yüzey işlemleri uygulanan gruplar ve kontrol grubu olacak şekilde oluşturuldu. Zirkonya örnekler 3 mm yüksekliğinde 7 mm çapında hazırlandı. Yüzey işlemleri uygulanmadan önce bütün örneklerin yüzeyine sırasıyla 600, 800 ve 1200 grit silikon karbür kağıt uygulandı ardından farklı yüzey işlemlerinin uygulanmasına geçildi. İşlemlerin tamamlanmasından sonra tüm örnekler 3 dakika süreyle distile su ile ultrasonik olarak temizlendi. Oda sıcaklığında kurutulan zirkonya örnekler üzerine 3 mm yüksekliğinde 5 mm çapında porselen uygulandı.(Çizelge 3.3)

Çizelge 3.3: Porselen Bağlantısı Değerlendirilecek, Hızlı ve Klasik Sinterlenen Zirkonya örneklerin Grup Dağılımı

| | | | | |
|---------------------------------|----------------------------|----------------------------|---------------------------|---------------------------|
| Hızlı Sinterlenen Gurup | Kontrol 10 örnek | Kuşlama 10 örnek | Er-YAG 10 örnek | Nd-YAG 10 örnek |
| Klasik Sinterlenen Gurup | Kontrol 10 örnek | Kuşlama 10 örnek | Er-YAG 10 örnek | Nd-YAG 10 örnek |

3.2.1 Kuşlama Grubu

Her iki sinterleme grubundan 10'ar örnek kuşlama cihazında (Mikrotek, Ankara) 15 saniye süreyle 5 bar basınç altında 110 nm büyüklüğündeki Al₂O₃ (Metoxides, Almanya) tanecikleri ile 10 mm mesafeden kuşlandı. (Şekil 3.8 ve 3.9)



Şekil 3.8 ve 3.9: Mikrotek Kumlama Cihazı ve basınç göstergesi

3.2.2 Nd-YAG Lazer Grubu

Hızlı ve klasik sinterleme uygulanan 10'ar örnek Nd-YAG lazer cihazıyla (Smarty A-10 Deka-Lazer Floransa, İtalya) atım enerjisi 150 mJ, tekrarlanma hızı 10 Hz, çıkış gücü 1,5 W olacak şekilde lazerin fiber optik ucuyla direkt temas olacak şekilde 15 sn süreyle pürüzlendirildi. (Şekil 3.10 ve 3.11)



Şekil 3.10 ve 3.11: Nd-YAG lazer cihazı ve kullanılan parametreler

3.2.3 Er-YAG Lazer Grubu

Hızlı ve klasik sinterleme uygulanan 10'ar örnek Er-YAG lazer cihazıyla (Smarty A-10 Deka-Lazer Floransa, İtalya) atım enerjisi 150 mJ, tekrarlanma hızı 10 Hz, çıkış gücü 1,5 W

olacak şekilde safir uçla 1 mm uzaklıktan su soğutmasıyla birlikte 15 sn süreyle pürüzlendirildi. (Şekil 3.12 ve 3.13)

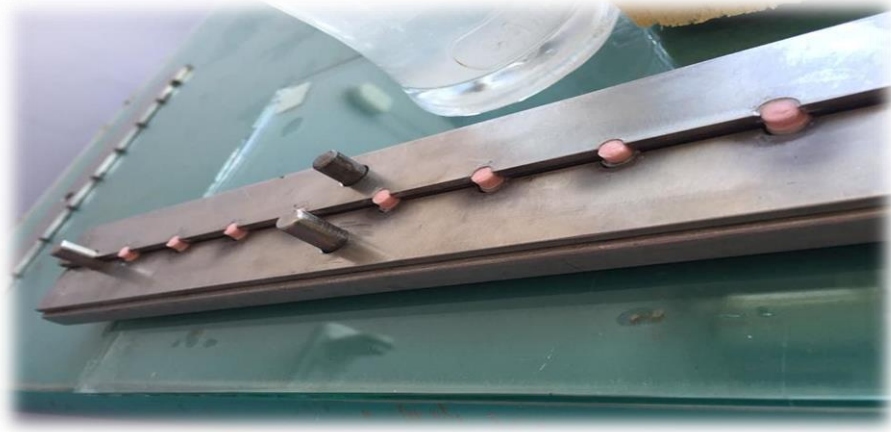


Şekil 3.12 ve 3.13: Er-YAG lazer cihazı ve kullanılan parametreler

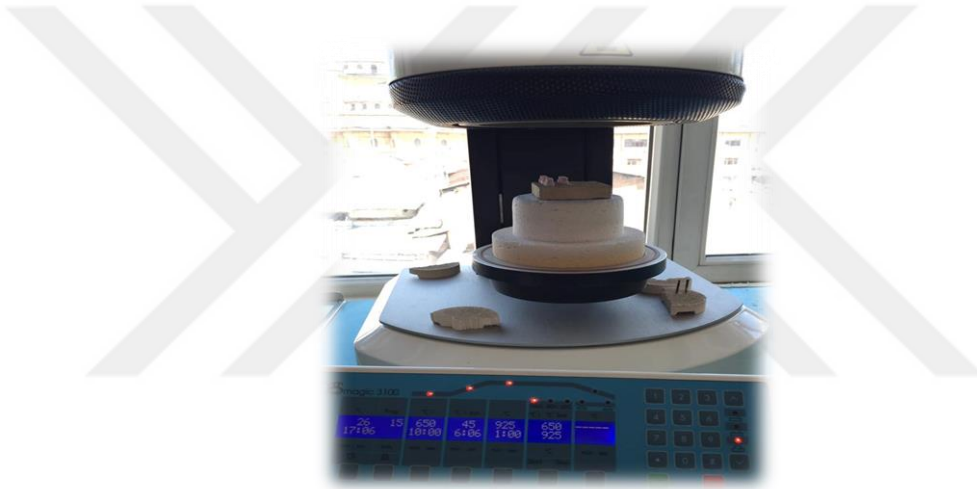
Yüzey şartlandırma işlemlerinin ardından (kontrol, kumlama, Nd-YAG ve Er-YAG lazer uygulaması) hızlı ve klasik sinterlenen iki grup kesme makaslama bağlantı dayanımını incelemek amacıyla porselen yığılmasına hazır hale geldi.

3.3 Kesme Makaslama Dayanım Testi Uygulanacak Zirkonya Örneklerine Porselen Uygulanması

Hazırlanan 3 mm yükseklik ve 7 mm çapındaki zirkonya örneklerine ve üzerine 3 mm yükseklik ve 5 mm çapında porselen tepilmesine olanak sağlayacak bir metal tabla kullanıldı. Farklı yüzey şartlandırma işlemleri uygulanan ve kontrol grubundaki örneklerine firma talimatlarına uyacak şekilde programlanabilir seramik fırınında (TDSS Magic 3100) yüksek ısı porseleni (Kuraray-Noritake CZR, Japonya) ile pişirildi. (Şekil 3.14, 3.15 ve Çizelge 3.4)



Şekil 3.14: Zirkonya örneklerle porselen uygulanması



Şekil 3.15: TDSS Magic 3100 Seramik Fırını

Çizelge 3.4: CZR porselen pişirme dereceleri ve dakikaları

| Veneer Porseleni | Ön Kurutma | | Pişirme Süresi (°C/Dk) | Pişirme Derecesi (°C) | Kalman Süre (Dk) | |
|------------------|--------------|-----------|------------------------|-----------------------|------------------|---|
| | Sıcaklık(°C) | Süre (Dk) | | | | |
| Cerabien ZR | Liner | 700 | 2 | 65 | 1090 | 1 |
| | Dentin | 600 | 5 | 45 | 930 | 1 |

3.4 Makaslama Bağlantı Dayanımı Testinin Uygulanması

Hazırlanan porselen uygulanmış zirkonyum oksit örnekler, çapı 13 mm, yüksekliği 12 mm olarak hazırlanan bakır kalıplarda akrilik rezin içine yerleştirilmiştir. Örnekler 24 saat süreyle, 37 °C distile su içerisinde bekletilmiştir. Örnekler Cumhuriyet Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Araştırma Laboratuvarı'nda, Universal test cihazında (Lloyd instruments LF Plus Segensworth Fareham/England) 0,5 mm/dk kafa hızında makaslama bağlantı dayanımı işlemine tabi tutulmuştur. Kesme işlemi yapılacak bıçak zirkonya ve porselenin bağlandığı bölgeye 90 derece açı yapacak şekilde yerleştirilmiştir. Ölçümler Newton biriminden hesaplanarak aşağıdaki formülle Megapascal'a çevrilmiştir. (Şekil 3.16, 3.17, 3.18 ve 3.19)

$$\text{Makaslama Direnci (MPa)} = \text{Yük (N)} / \text{Alan (mm}^2\text{)}$$



Şekil 3.16: Distile su banyosu



Şekil 3.17, 3.18 ve 3.19: Universal Test Cihazı ve makaslama testinin uygulanışı

3.5 SEM Analizlerinin Yapılması

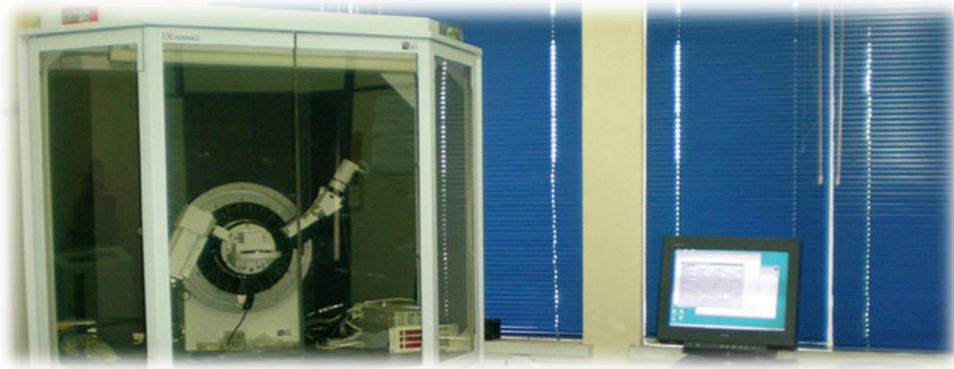
Hızlı ve klasik sinterleme uygulanan kontrol grupları, farklı yüzey şartlandırma işlemleri uygulanan örnekler ve makaslama bağlantı dayanımı SEM görüntülerinin analizi, Kayseri Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde taramalı elektron mikroskopu (LEO 440 Computer Controlled Digital (UK)) kullanılarak yapılmıştır. Her örnek üç farklı büyütme (10.000, 2.500 ve 50) altında incelenmiştir. (Şekil 3.20 ve 3.21)



Şekil 3.20 ve 3.21: SEM analizi cihazı ve SEM örneklerini kaplama ünitesi

3.6 XRD Analizlerinin Yapılması

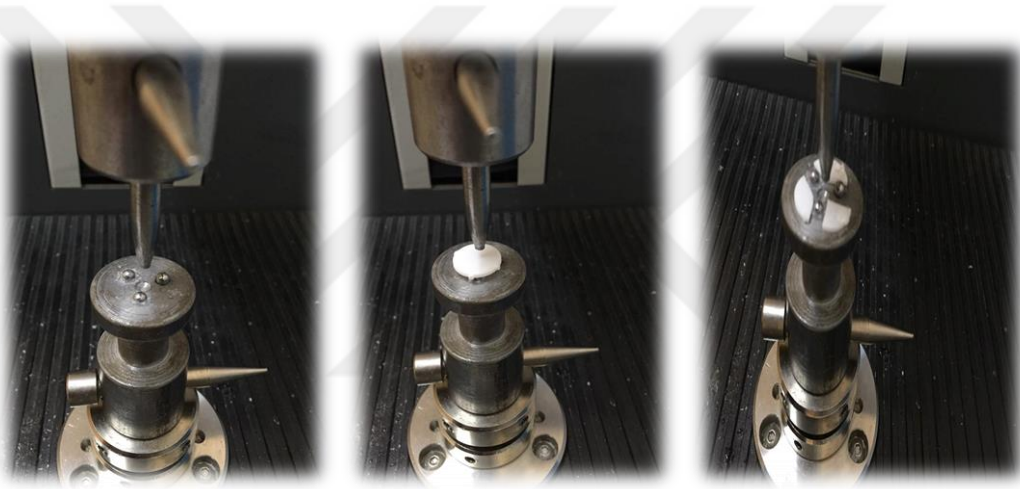
Hızlı ve klasik sinterleme uygulanmış birer örnek, Kayseri Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde Bruker AXS D8 Advance model (ABD) XRD cihazında analiz edilmiştir. (Şekil 3.22)



Şekil 3.22: XRD ünitesi

3.7 Üç Nokta Bükme Dayanımı Testinin Uygulanması

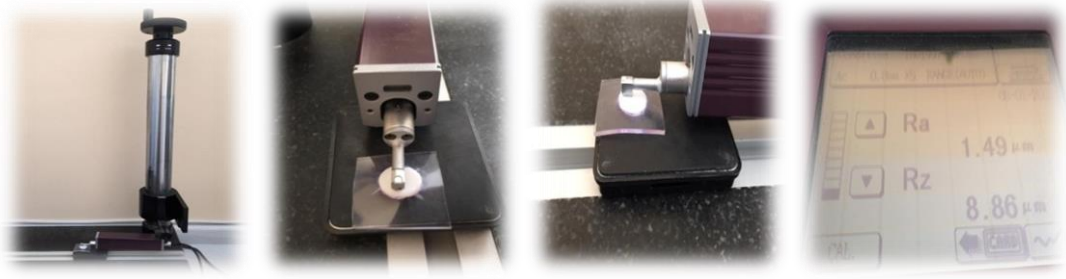
Üç nokta bükme dayanımı testi Cumhuriyet Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi Araştırma Laboratuvarı'nda Universal test cihazında (Lyoyd instruments LF Plus Segensworth Fareham/England) yapıldı. Üç nokta eğme testi için çapı 15 mm yüksekliği 1,3 mm olan hızlı ve klasik sinterlenmiş 10'ar örnek hazırlandı. Örneklerin kırılacağı yüzeyde 120 derece açı ile konumlanmış 3 adet 3,2 mm çaplı paslanmaz çelik bilyeler 10 mm çaplı bir daire olacak şekilde yerleştirildi. Örnekler hassas bir şekilde kırılacak yüzeye yerleştirildikten sonra 1,4 mm çapındaki basma ucu uygulanarak, dakikada 0,5 mm yükleme hızı ile kırıldı. Örneklerin kırılma anındaki kuvvetleri Newton biriminden hesaplanmıştır. (Şekil 3.23, 3.24 ve 3.25)



Şekil 3.23, 3.24 ve 3.25: Universal Test Cihazı ve biaksiyal bükme testinin uygulanması

3.8 Yüzey Pürüzlülüğünün Değerlendirilmesi

Hızlı ve klasik sinterleme uygulanması ardından her alt grup için 3 mm yükseklik ve 7 mm çapındaki 10'ar örneğin (n:80) yüzey pürüzlülüğü ölçümleri profilometre cihazında (Mitutoyo SurfTest SJ-301 Japon) yapıldı. Her örneğin üç farklı kısmından ölçümü yapılarak elde edilen Ra değerlerinin kaydedilmesinin ardından ölçüm sonuçlarının ortalamaları ile her örnek için tek değer elde edilerek istatistiksel analizler yapıldı. (Şekil 3.26, 3.27, 3.28 ve 3.29)



Şekil 3.26, 3.27, 3.28 ve 3.29: Yüzey pürüzlülüğü Testinin Uygulanması

3.9 İstatiksel Yöntem

Veriler SPSS (ver: 22.00) paket programına girilmiştir. Öncelikle SPSS programına girilen verilerin uygulanan her test için ayrı ayrı homojenlik gösterip göstermediği kontrol edilmiştir. Normal dağılım gösteren verilerin istatiksel analizleri parametrik olan Tukey ve One-way ANOVA testleriyle yapılırken, homojen dağılım göstermeyen verilerin analiz edilmesinde ise parametrik olmayan testlerden Mann Whitney U testi kullanılmıştır.

4. BULGULAR

4.1 XRD Analizlerinin İncelenmesi

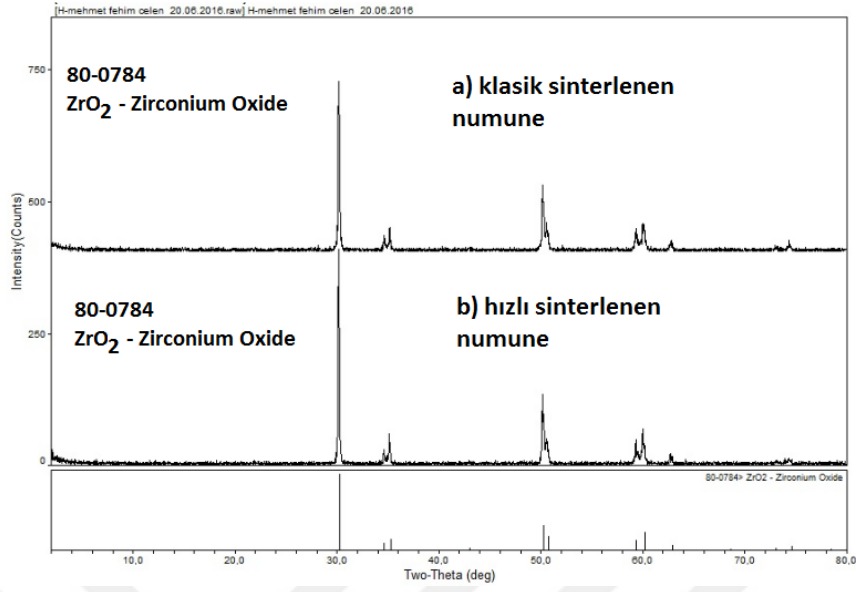
Örneklerin XRD analizleri Kayseri Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde, analizlerin değerlendirilmesi ise Cumhuriyet Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde yapılmıştır. XRD analizlerinin değerlendirilmesinde Material Jade (6.0) programı kullanıldı.

XRD analizleri yapımında monokromatik $CuK\alpha$ ışını ile yapıldı. X-raydifraksiyonu sonucu bulunan yoğunluk ve en yüksek pik değerlerinin gözlemlendiği 2θ açıları kaydedildi.

Yapılan XRD analizleri incelenerek hem klasik hem hızlı sinterlenen örneklerinin her ikisinin de pik değerlerinin 80-0784 ICSD kodlu tetragonal zirkonya ile örtüştüğü görüldü.

Klasik ve hızlı sinterlenen örnekler incelendiğinde klasik sinterlenen grubun daha geniş ve daha düşük şiddetli piklere sahip olduğu bulunmuştur. Hızlı sinterlenen zirkonyanın kristal boyutu 1116 \AA (111 nm) iken, klasik sinterlenen grubun kristal boyutu 555 \AA (55 nm) bulundu. (Çizelge 4.1)

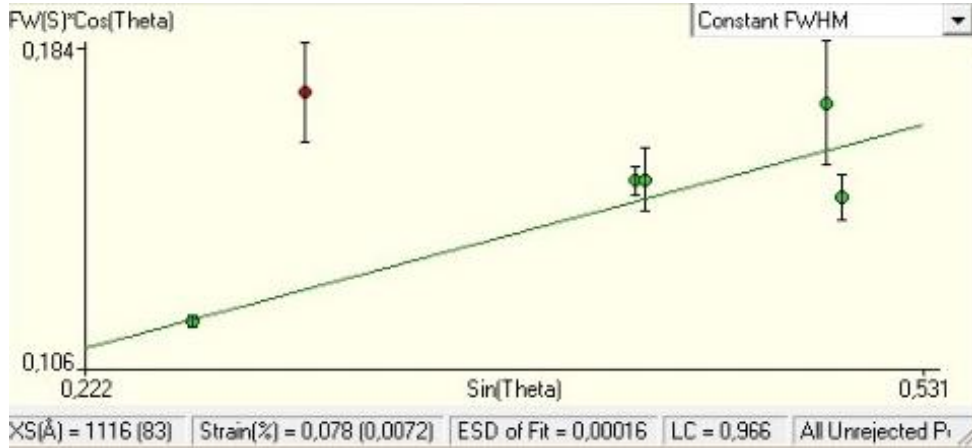
Çizelge 4.1: Klasik ve hızlı sinterleme uygulanan zirkonyanın XRD analizi sonuçları



Hızlı sinterleme uygulanan örneğin en yüksek 2 θ açısı değerleri ve gerilme yüzdeleri aşağıdaki gibidir.

1) 30,228 2) 35,247 3) 50,235 4) 50,646 5) 59,338 6) 60,082 derecelerinde bulunmuştur. Gerilme yüzdesi % 0,078'dir. (Çizelge 4.2)

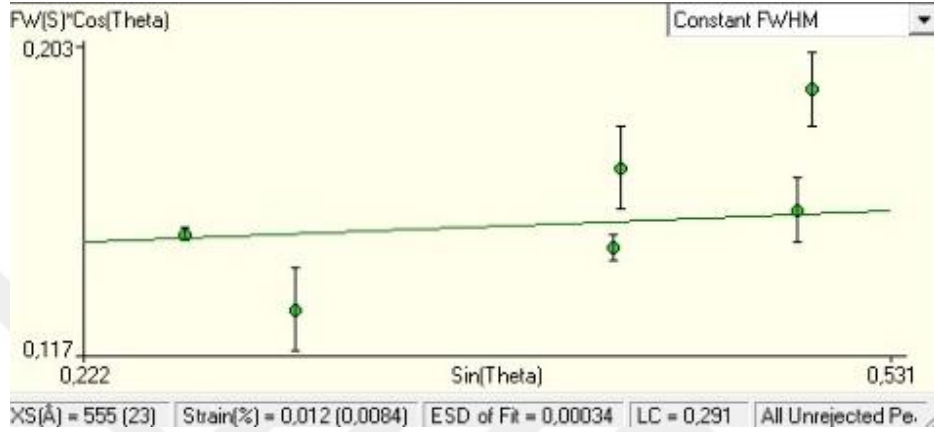
Çizelge 4.2: Hızlı sinterlenen numunenin gerilme (strain) eğrisi ve kristal büyüklüğü



Klasik sinterleme uygulanan örneğin en yüksek 2 θ açısı değerleri sırasıyla

1) 30,226 2) 35,265 3) 50,249 4) 50,606 5) 59,391 6) 60,139 derecelerinde bulunmuştur. Gerilme yüzdesi % 0,012'dir. (Çizelge 4.3)

Çizelge 4.3: Klasik sinterlenen numunenin gerilme (strain) eğrisi ve kristal büyüklüğü



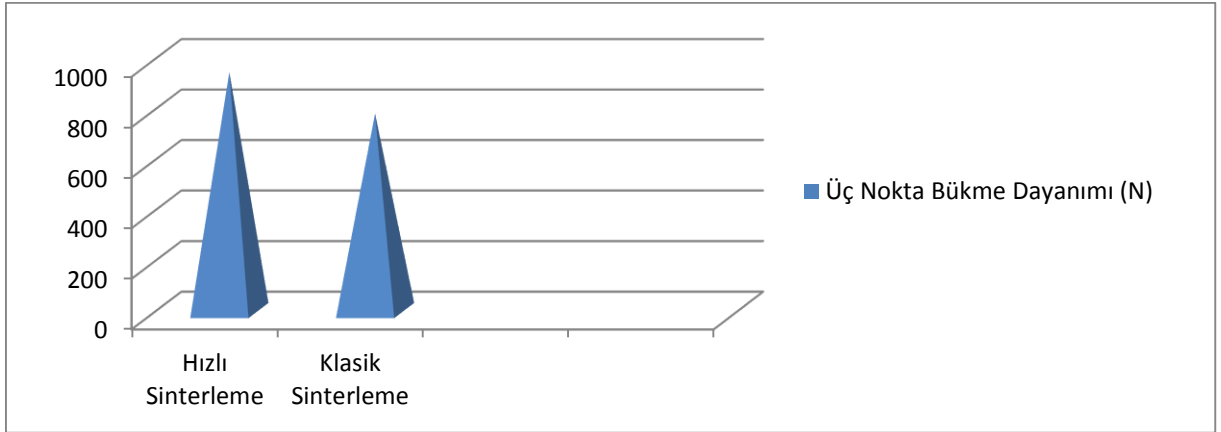
4.2 Üç Nokta Bükme Testi Sonuçlarının Analizi

Üç nokta bükme dayanımı testi için hızlı ve klasik sinterleme uygulanmış 10'ar örnek teste tabii tutularak ortaya çıkan değerlerin istatistiksel analizi yapıldı. Üç nokta bükme testi uygulanmasının ardından yapılan istatistiksel analiz sonuçları aşağıdaki gibidir. (Çizelge 4.4 ve 4.5)

Çizelge 4.4: Hızlı ve klasik sinterleme uygulanmış zirkonya örneklerin üç nokta bükme dayanım değerlerinin analizi

| Sinter Türü | N | Minimum (N) | Maximum (N) | Mean (N) | Std. Deviation |
|-------------|----|-------------|-------------|----------|----------------|
| Hızlı | 10 | 830,27 | 992,57 | 943,872 | 48,69 |
| Klasik | 10 | 700,23 | 837,37 | 779,651 | 52,34 |

Çizelge 4.5: Hızlı ve Klasik Sinterlenen Zirkonyanın Üç Nokta Bükme Dayanımı



Üç nokta bükme testi sonuçlarını analiz ettiğimizde, hızlı sinterleme uygulanan örneklerin en yüksek değeri 992,57 N en düşük değeri 830,27 N bulunurken; klasik sinterleme uygulanan örneklerin en yüksek değeri 837,37 N en düşük değeri 700,23 bulunmuştur. Gruplar karşılaştırıldığında $p = 0,0001 < 0,05$ olduğundan istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmuştur. Hızlı sinterlenen grubun biaksiyel bükme testindeki kırılma değerleri klasik sinterlenen gruptan istatistiksel olarak anlamlı olacak şekilde daha yüksek çıkmıştır. (Çizelge 4.6)

Çizelge 4.6: Biaksiyel bükme testi sonuçlarının analizi

| Biaksiyel bükme testi | sonuç |
|-----------------------|-------|
| Mann-Whitney U değeri | 3,000 |
| P | ,0001 |

4.3 Yüzey Pürüzlülüğü Sonuçlarının Analizi

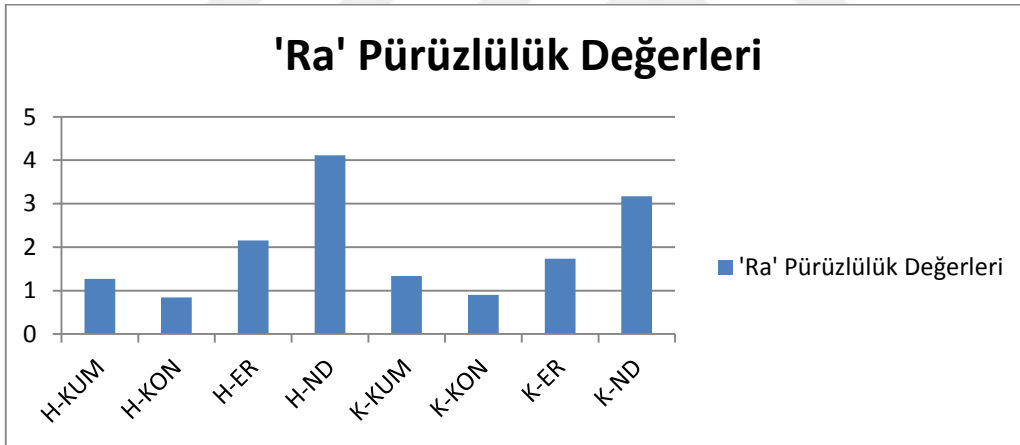
Hızlı ve klasik sinterleme prosedürleri ardından uygulanan farklı yüzey işlemlerine ait yüzey pürüzlülük testi ardından bütün gruptaki sonuçlar değerlendirilerek elde edilen veriler içerisindeki değişkenlikler gruplar arasında karşılaştırıldı. Hızlı kumlama-klasik kumlama ve hızlı kontrol-klasik kontrol grupları arasında anlamlı bir fark oluşmadığı, diğer gruplar arasındaki farklılıkların istatistiksel olarak anlamlı olduğu görüldü. İstatistiksel 'p' değerleri, ortalama pürüzlülük değerleri, maksimum-minimum değerler ve standart sapma

değerleri Çizelge 4.7, 4.8 ve 4.9’da verilmiştir.

Çizelge 4.7: İstatistiksel olarak pürüzlülük değerlerinin karşılaştırılması

| Grup | H-KUM | H-KON | H-ER | H-ND | K-KUM | K-KON | K-ER | K-ND |
|-------|--------------|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|------|
| H-KUM | x | | | | | | | |
| H-KON | 0,006 | x | | | | | | |
| H-ER | 0,001 | 0,000 | X | | | | | |
| H-ND | 0,000 | 0,000 | 0,000 | X | | | | |
| K-KUM | 0,273 | 0,001 | 0,000 | 0,000 | x | | | |
| K-KON | 0,011 | 0,631 | 0,000 | 0,000 | 0,001 | X | | |
| K-ER | 0,003 | 0,000 | 0,005 | 0,000 | 0,000 | 0,000 | X | |
| K-ND | 0,000 | 0,000 | 0,001 | 0,000 | 0,000 | 0,000 | 0,000 | X |

Çizelge 4.8: Ortalama Pürüzlülük Değerlerinin Karşılaştırılması



Gruplar incelendiğinde en yüksek yüzey pürüzlülüğü ortalaması hızlı Nd-YAG grubunda 4,111 olarak hesaplanırken bu gruptaki en yüksek Ra değeri 4,62 en düşük Ra değeri ise 3,76 olarak ölçülmüştür. En düşük yüzey pürüzlülüğü ortalaması ise hızlı kontrol grubunda 0,838 olarak hesaplanırken bu gruptaki en yüksek Ra değeri 1,32 en düşük Ra değeri ise 0,48 olarak ölçülmüştür.

Çizelge 4.9: Yüzey Pürüzlülüğü İstatiksel Analizi

| Sinter Türü | Yüzey İşlemi | n | Minimum (Ra) | Maximum (Ra) | Mean (Ra) | Std. Deviation |
|-------------|--------------|----|--------------|--------------|-----------|----------------|
| Hızlı | Kumlama | 10 | 0,95 | 1,82 | 1,271 | ,3012 |
| | Kontrol | 10 | 0,48 | 1,32 | 0,838 | ,2923 |
| | Eryag | 10 | 1,69 | 2,74 | 2,154 | ,3825 |
| | Ndyag | 10 | 3,76 | 4,62 | 4,111 | ,2891 |
| Klasik | Kumlama | 10 | 1,08 | 1,56 | 1,334 | ,1432 |
| | Kontrol | 10 | 0,53 | 1,29 | 0,901 | ,2334 |
| | Eryag | 10 | 1,46 | 1,97 | 1,734 | ,1571 |
| | Ndyag | 10 | 1,97 | 3,68 | 3,17 | ,1487 |

Hızlı Nd-YAG grubu diğer yedi grubun her biriyle kıyaslandığında $p < 0,05$ olduğundan istatistiksel olarak anlamlı derecede daha yüksek yüzey pürüzlülüğü (Ra) göstermiştir.

Hızlı kontrol ve hızlı kumlama grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Hızlı kumlama grubunun yüzey pürüzlülük Ra değeri hızlı kontrol grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

Hızlı Er-YAG ve hızlı kumlama grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Hızlı Er-YAG grubunun yüzey pürüzlülük Ra değeri hızlı kumlama grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

Klasik kontrol ve hızlı kumlama grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Hızlı kumlama grubunun yüzey pürüzlülük Ra değeri klasik kontrol grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

Klasik Er-YAG ve hızlı kumlama grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik Er-YAG grubunun yüzey pürüzlülük Ra değeri hızlı kumlama grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

Klasik Nd-YAG ve hızlı kumlama grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik Nd-YAG grubunun yüzey pürüzlülük Ra değeri hızlı kumlama

grubundan istatiksels olarak anlamlı derecede yksektir.

Hızlı Er-YAG ve hızlı kontrol grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Hızlı Er-YAG grubunun yüzey przllk Ra deęeri hızlı kontrol grubundan istatiksels olarak anlamlı derecede yksektir.

Klasik kumlama ve hızlı kontrol grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik kumlama grubunun yüzey przllk Ra deęeri hızlı kontrol grubundan istatiksels olarak anlamlı derecede yksektir.

Klasik Er-YAG ve hızlı kontrol grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik Er-YAG grubunun yüzey przllk Ra deęeri hızlı kontrol grubundan istatiksels olarak anlamlı derecede yksektir.

Klasik Nd-YAG ve hızlı kontrol grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik Nd-YAG grubunun yüzey przllk Ra deęeri hızlı kontrol grubundan istatiksels olarak anlamlı derecede yksektir.

Klasik kumlama ve hızlı Er-YAG grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Hızlı Er-YAG grubunun yüzey przllk Ra deęeri klasik kumlama grubundan istatiksels olarak anlamlı derecede yksektir.

Klasik kontrol ve hızlı Er-YAG grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Hızlı Er-YAG grubunun yüzey przllk Ra deęeri klasik kontrol grubundan istatiksels olarak anlamlı derecede yksektir.

Klasik Er-YAG ve hızlı Er-YAG grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Hızlı Er-YAG grubunun yüzey przllk Ra deęeri klasik Er-YAG grubundan istatiksels olarak anlamlı derecede yksektir.

Klasik Nd-YAG ve hızlı Er-YAG grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik Nd-YAG grubunun yüzey przllk Ra deęeri hızlı Er-YAG grubundan istatiksels olarak anlamlı derecede yksektir.

Klasik kontrol ve klasik kumlama grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik kumlama grubunun yüzey przllk Ra deęeri klasik kontrol grubundan istatiksels olarak anlamlı derecede yksektir.

Klasik Er-YAG ve klasik kumlama grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik Er-YAG grubunun yüzey pürüzlülük Ra değeri klasik kumlama grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

Klasik Nd-YAG ve klasik kumlama grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik Nd-YAG grubunun yüzey pürüzlülük Ra değeri klasik kumlama grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

Klasik Er-YAG ve klasik kontrol grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik Er-YAG grubunun yüzey pürüzlülük Ra değeri klasik kontrol grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

Klasik Nd-YAG ve klasik kontrol grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik Nd-YAG grubunun yüzey pürüzlülük Ra değeri klasik kontrol grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

Klasik Nd-YAG ve klasik Er-YAG grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik Nd-YAG grubunun yüzey pürüzlülük Ra değeri klasik Er-YAG grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

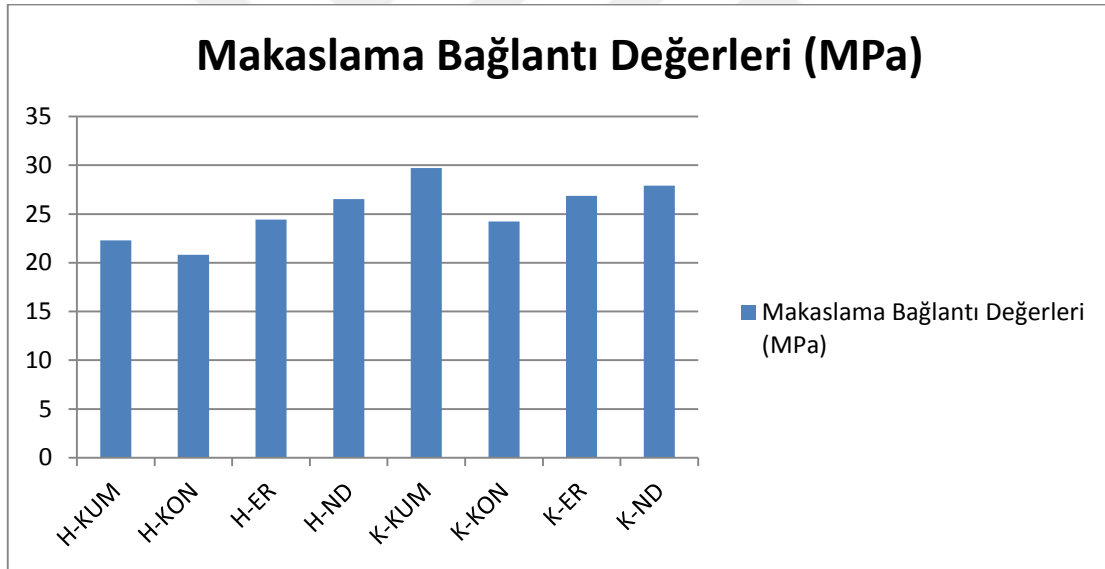
4.4 Makaslama Bağlantı Dayanımı Testi Bulguları

Hızlı ve klasik sinterleme uygulamaları ardından farklı yüzey işlemleriyle yüzey şartlandırması yapılan örneklerin veneer porselen ile makaslama bağlantı testi sonucunda gruplara ait veriler değerlendirildi ve tüm gruplar birbirleriyle karşılaştırılarak sonuçlar analiz edildi. İstatistiksel 'p' değerleri, ortalama makaslama bağlantı değerleri, maksimum-minimum değerler ve standart sapma değerleri çizelge 4.10, 4.11'de verilmiştir.

Çizelge 4.10: İstatistiksel olarak makaslama değerlerinin karşılaştırılması

| Grup | H-KUM | H-KON | H-ER | H-ND | K-KUM | K-KON | K-ER | K-ND |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------|------|
| H-KUM | X | | | | | | | |
| H-KON | ,664 | X | | | | | | |
| H-ER | ,200 | ,001 | X | | | | | |
| H-ND | ,000 | ,000 | ,222 | x | | | | |
| K-KUM | ,000 | ,000 | ,000 | ,008 | x | | | |
| K-KON | ,318 | ,003 | 1,000 | ,132 | ,000 | X | | |
| K-ER | ,000 | ,000 | ,102 | 1,000 | ,025 | ,055 | X | |
| K-ND | ,000 | ,000 | ,003 | ,733 | ,416 | ,001 | ,909 | X |

Çizelge 4.11: Ortalama Makaslama Bağlantı Değerlerinin Karşılaştırılması



Gurupların makaslama bağlantı dayanımları testi sonucunda adheziv, koheziv ve kombine ayrılma sayıları aşağıdaki çizelge 4.12’de verilmiştir.

Çizelge 4.12: Gurupların makaslama bağlantı dayanımları testi sonucunda adheziv, koheziv ve kombine ayrılma sayıları

| Sinterleme Türü | Yüze İşlemi | Kopma Şekli | | |
|-----------------|---------------|-------------|-----------|-----------|
| | | Adheziv | Koheziv | Kombine |
| Hızlı | Kontrol | 8 | 0 | 2 |
| | Kumlama | 5 | 2 | 3 |
| | Er:YAG | 4 | 2 | 4 |
| | Nd:YAG | 1 | 3 | 6 |
| Klasik | Kontrol | 8 | 1 | 1 |
| | Kumlama | 3 | 4 | 3 |
| | Er:YAG | 3 | 4 | 3 |
| | Nd:YAG | 2 | 4 | 4 |
| | Toplam | 34 | 20 | 26 |

Gruplar incelendiğinde en yüksek bağlantı dayanımı ortalaması klasik kumlama grubunda 29,712 MPa olarak hesaplanırken bu gruptaki en yüksek bağlantı dayanımı 32,94 MPa en düşük bağlantı dayanımı ise 23,88 MPa olarak ölçülmüştür. En düşük bağlantı dayanımı ortalaması ise hızlı kontrol grubunda 20,818 MPa olarak hesaplanırken bu gruptaki en yüksek bağlantı dayanımı 22,96 MPa en düşük bağlantı dayanımı ise 18,3 MPa olarak ölçülmüştür. (Çizelge 4.13)

Çizelge 4.13: Makaslama Bağlantı Dayanımı İstatiksel Analizi

| Grup | n | Mean (MPa) | Minimum (MPa) | Maximum (MPa) | Std. Deviation |
|----------------|----|------------|---------------|---------------|----------------|
| Hızlı Kumlama | 10 | 22,298 | 20,34 | 25,28 | 1,4 |
| Hızlı Kontrol | 10 | 20,818 | 18,3 | 22,96 | 1,4 |
| Hızlı Er-YAG | 10 | 24,438 | 20,96 | 27,24 | 2,2 |
| Hızlı Nd-YAG | 10 | 26,536 | 22,18 | 28,68 | 1,88 |
| Klasik Kumlama | 10 | 29,712 | 23,88 | 32,94 | 2,52 |
| Klasik Kontrol | 10 | 24,228 | 22,44 | 26,82 | 1,58 |
| Klasik Er-YAG | 10 | 26,846 | 23,88 | 30,78 | 1,78 |
| Klasik Nd-YAG | 10 | 27,916 | 24,92 | 30,26 | 2,04 |

Hızlı kontrol grubu diğer yedi grubun her biriyle kıyaslandığında $p < 0,05$ olduğundan istatistiksel olarak anlamlı derecede daha düşük bağlantı dayanımı göstermiştir.

Hızlı kumlama ve hızlı Nd-YAG grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Hızlı Nd-YAG grubunun makaslama bağlantı değeri (MPa), hızlı kumlama grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

Hızlı kumlama ve klasik kumlama grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik kumlama grubunun makaslama bağlantı değeri (MPa), hızlı kumlama grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

Hızlı kumlama ve klasik Er-YAG grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik Er-YAG grubunun makaslama bağlantı değeri (MPa), hızlı kumlama grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

Hızlı kumlama ve klasik Nd-YAG grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik Nd-YAG grubunun makaslama bağlantı değeri (MPa), hızlı kumlama grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

Hızlı Er-YAG ve klasik kumlama grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik kumlama grubunun makaslama bağlantı değeri (MPa), hızlı Er-YAG grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

Hızlı Er-YAG ve klasik Nd-YAG grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik Nd-YAG grubunun makaslama bağlantı değeri (MPa), hızlı Er-YAG grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

Klasik kumlama ve hızlı Nd-YAG grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik kumlama grubunun makaslama bağlantı değeri (MPa), hızlı Nd-YAG grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

Klasik kumlama ve klasik kontrol grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik kumlama grubunun makaslama bağlantı değeri (MPa), klasik kontrol grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

Klasik kumlama ve klasik Er-YAG grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunmuştur. Klasik kumlama grubunun makaslama bağlantı değeri (MPa), klasik Er-YAG grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

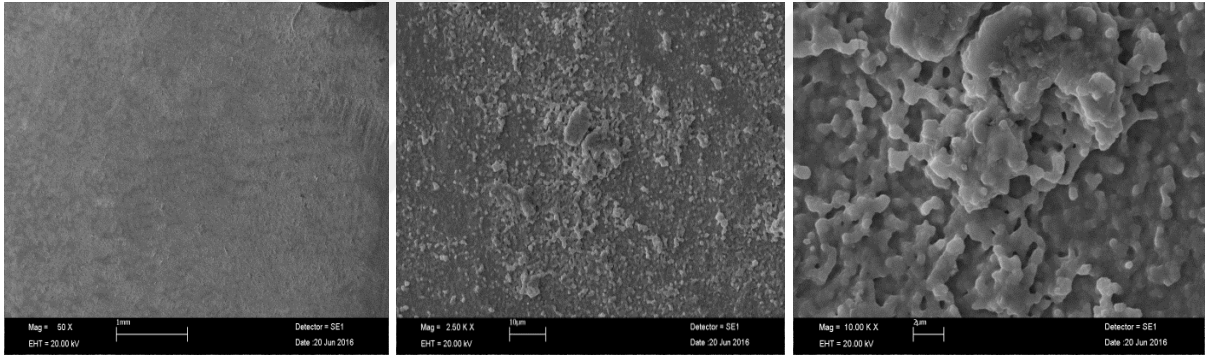
Klasik kontrol ve klasik Nd-YAG grubu karşılaştırıldığında $p < 0,05$ olduğundan anlamlı

bir fark bulunmuştur. Klasik Nd-YAG grubunun makaslama bağlantı değeri (MPa), klasik kontrol grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksektir.

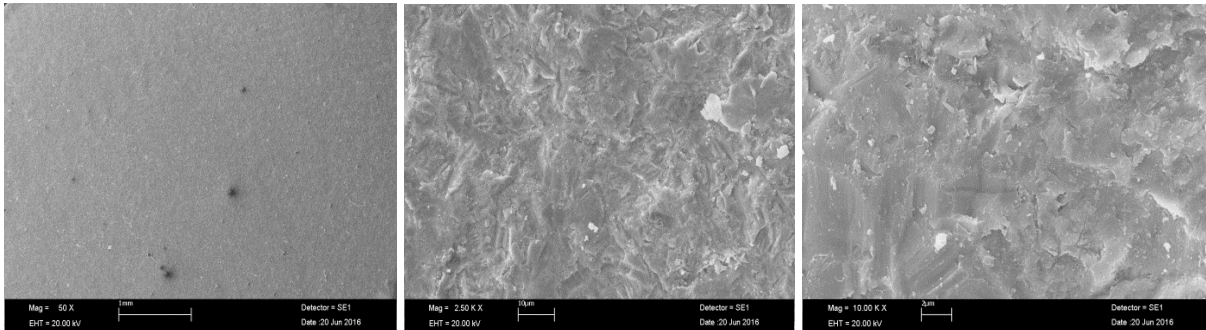
Diğer gruplar birbirleriyle karşılaştırıldığında $p > 0,05$ olduğundan anlamlı bir fark bulunamamıştır.

4.5 SEM Analizlerinin İncelenmesi

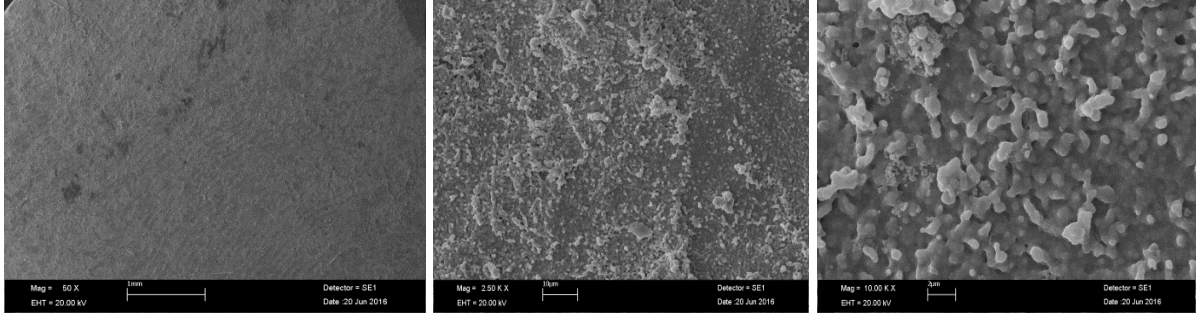
Örneklerin SEM analizleri Kayseri Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde yapılmıştır. Kesme makaslama bağlantı testi öncesi sadece farklı yüzey şartlandırma işlemi uygulanmış zirkonya örneklerin SEM görüntüleri sırasıyla 50, 2500 ve 10000 büyütme ile incelenmiştir. (Şekil 4.1, 4.2, 4.3, 4.4, 4.5, 4.6, 4.7, 4.8)



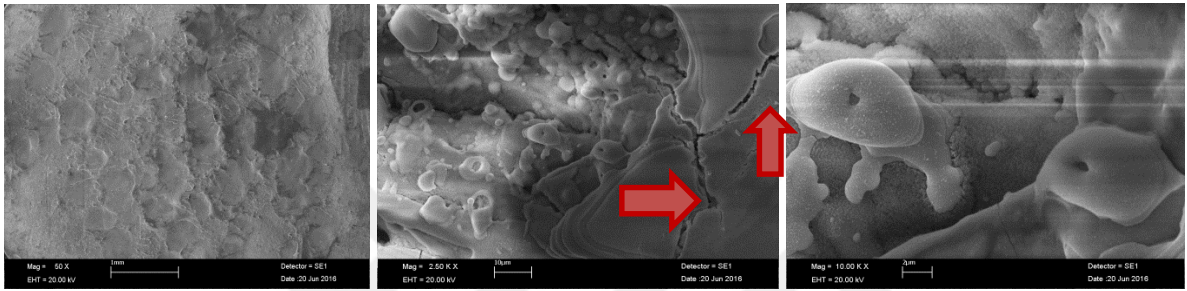
Şekil 4.1:Klasik sinterleme prosedürü uygulanan kontrol grubu analizi



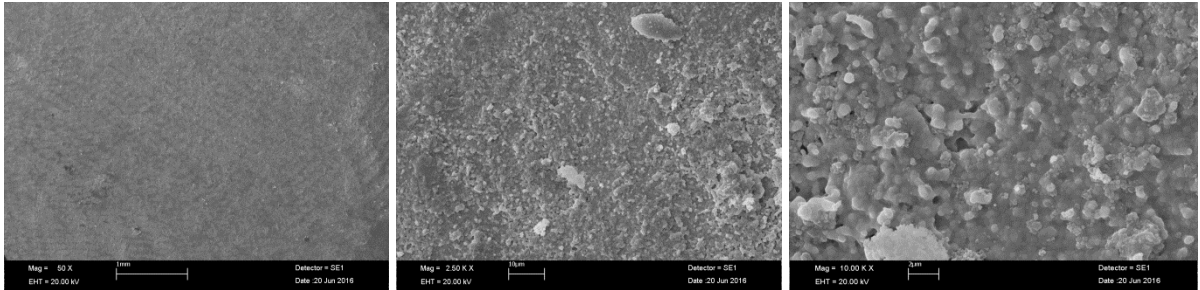
Şekil 4.2:Klasik sinterleme prosedürü uygulanan kumlam grubu analizi



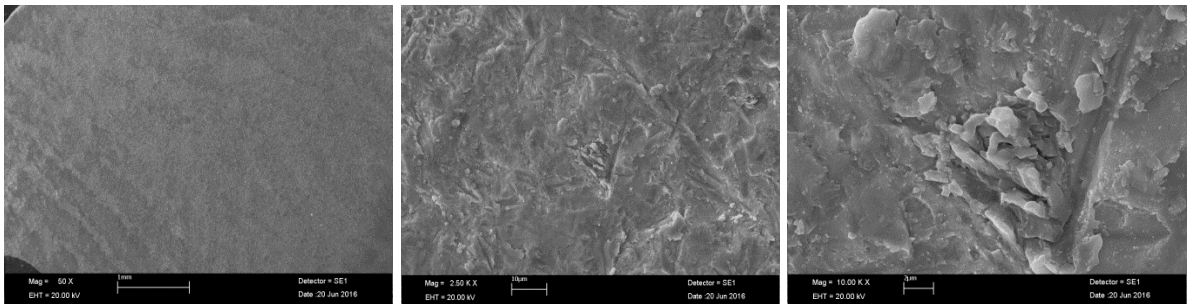
Şekil 4.3: Klasik sinterleme prosedürü uygulanan Er-YAG grubu analizi



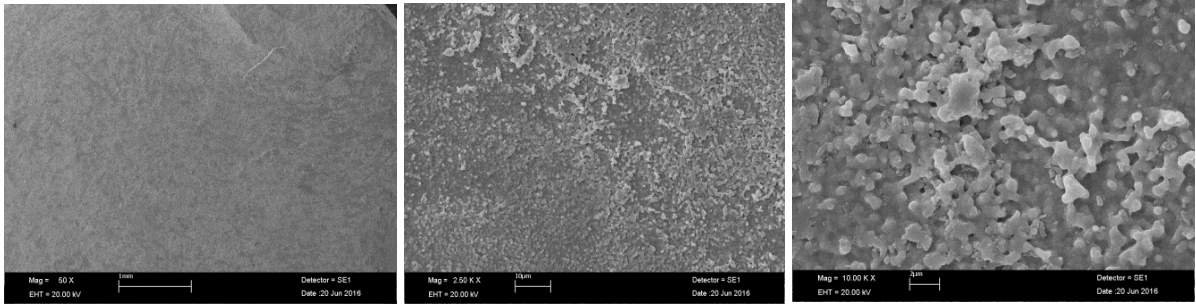
Şekil 4.4: Klasik sinterleme prosedürü uygulanan Nd-YAG grubu analizi



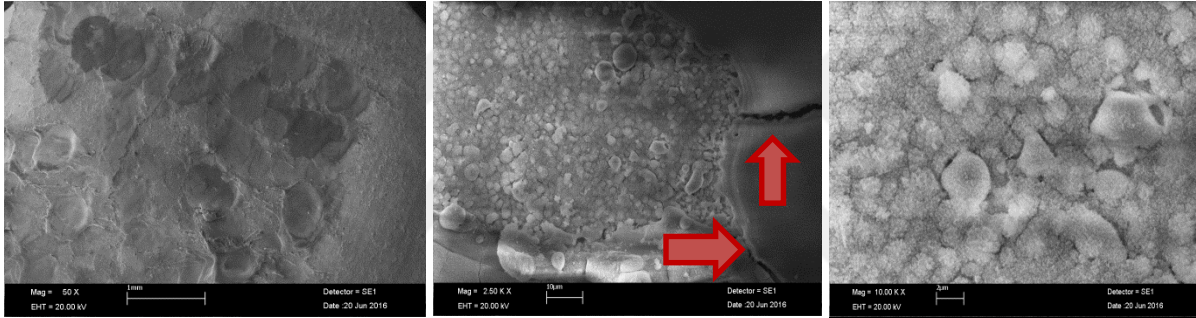
Şekil 4.5: Hızlı sinterleme prosedürü uygulanan kontrol grubu analizi



Şekil 4.6: Hızlı sinterleme prosedürü uygulanan kumlama grubu analizi



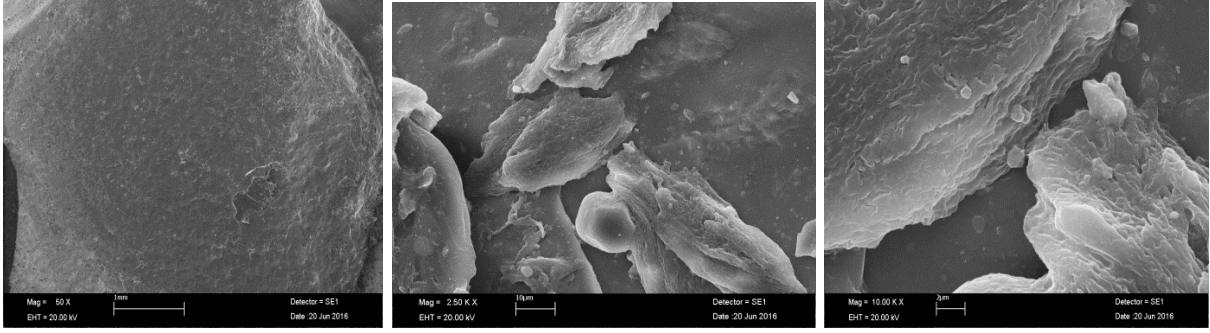
Şekil 4.7: Hızlı sinterleme prosedürü uygulanan Er-YAG grubu analizi



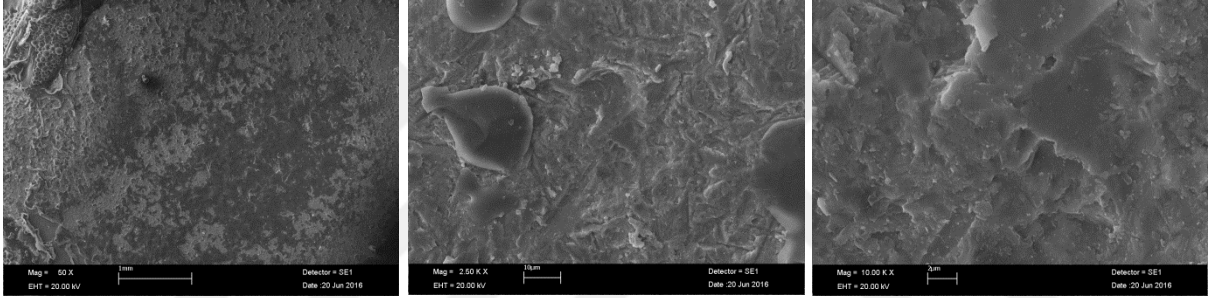
Şekil 4.8: Hızlı sinterleme prosedürü uygulanan Nd-YAG grubu analizi

Makaslama bağlantı dayanımı testi öncesi yapılan SEM analizlerinin incelemesi yapıldığında özellikle Nd-YAG ve Er-YAG lazer uygulaması yapılan grupların yüzeylerinde düzensiz bir yüzey göze çarparken kumlama grubunun daha düz bir görünüme ulaştığı dikkat çekmektedir. Yüzey pürüzlülüğü testinde çıkan sonuçlarda da en yüksek pürüzlülüğü Nd-YAG ve Er-YAG lazerin verirken en düşük pürüzlülük oranını kontrol grubu göstermişti. Bu bakımdan da SEM analizlerinin görüntüleri diğer sonuçlarla örtüşmektedir. Ayrıca Nd-YAG lazer uygulaması yapılan hem hızlı hem klasik sinterleme gruplarında yüzeydeki çatlak ve kırık oluşumları gözlenmiştir.

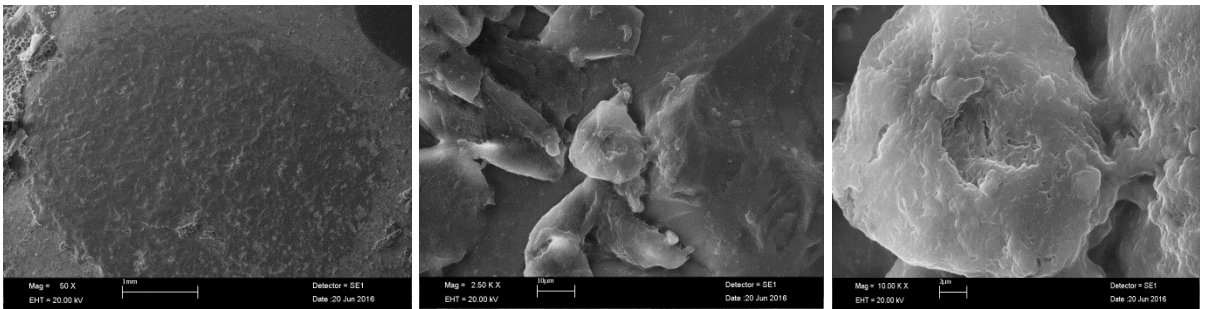
Farklı yüzey şartlandırma işlemi uygulanmış zirkonya örneklerin porselenle kesme makaslama bağlantı dayanımı testi sonrası 50, 2500 ve 10000 büyütme altındaki SEM analizleri aşağıdaki gibidir. (Şekil 4.9, 4.10, 4.11, 4.12, 4.13, 4.14, 4.15, 4.16)



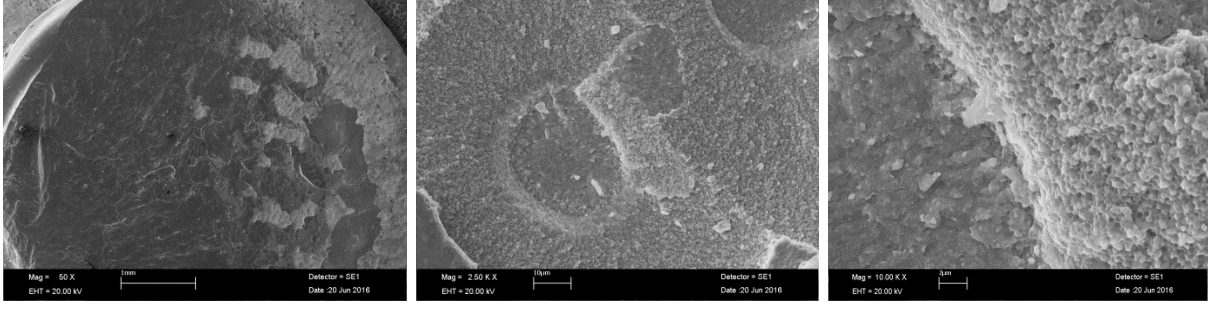
Şekil 4.9: Klasik sinterleme prosedürü ardından kesme makaslama bağlantı testi uygulanan kontrol grubu analizi



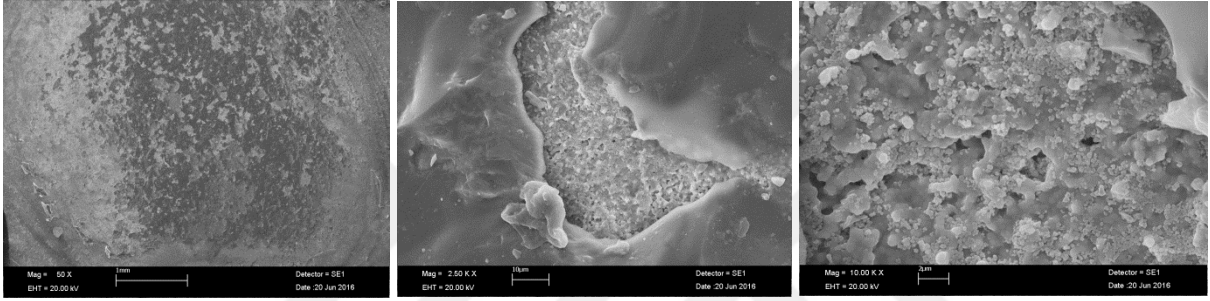
Şekil 4.10: Klasik sinterleme prosedürü ardından kesme makaslama bağlantı testi uygulanan kumlama grubu analizi



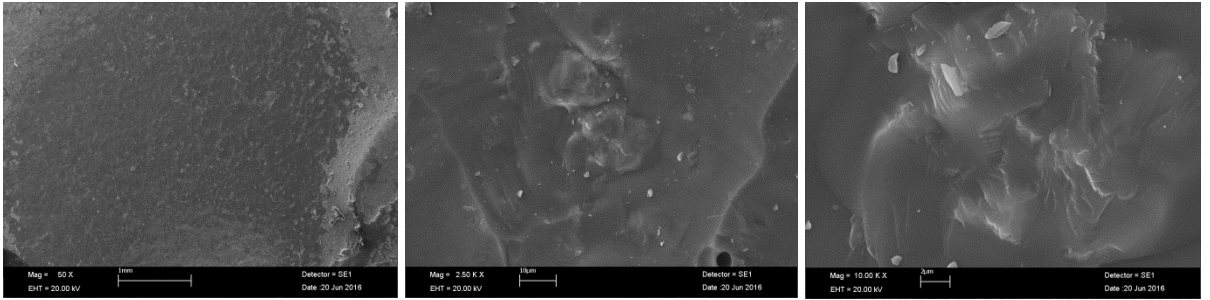
Şekil 4.11: Klasik sinterleme prosedürü ardından kesme makaslama bağlantı testi uygulanan Er-YAG grubu analizi



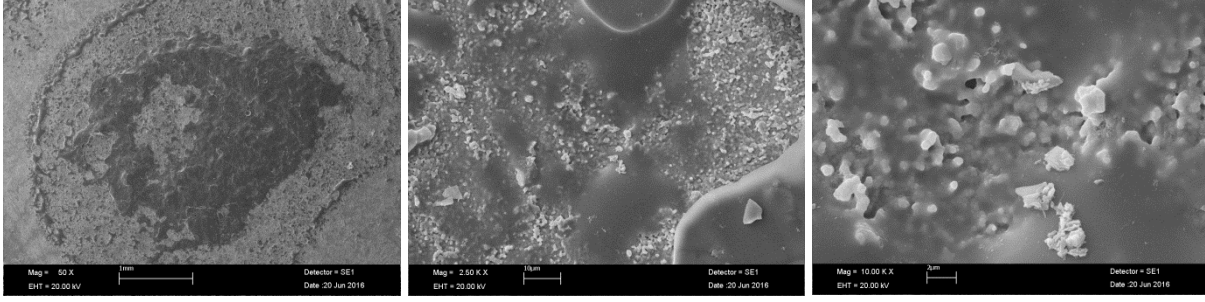
Şekil 4.12: Klasik sinterleme prosedürü ardından kesme makaslama bağlantı testi uygulanan Nd-YAG grubu analizi



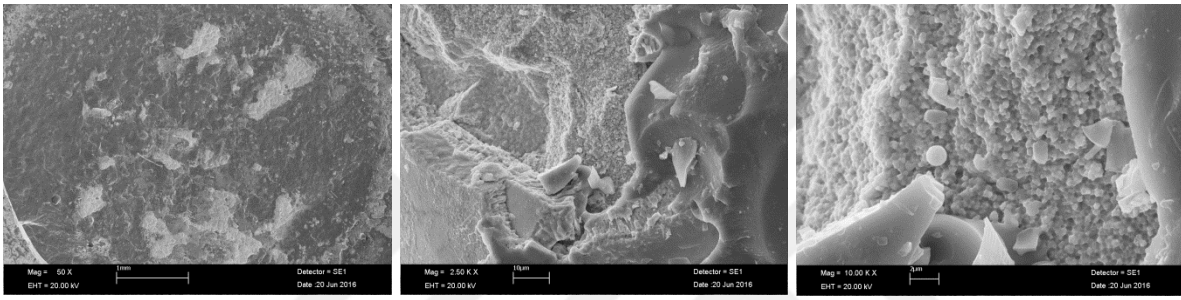
Şekil 4.13: Hızlı sinterleme prosedürü ardından kesme makaslama bağlantı testi uygulanan kontrol grubu analizi



Şekil 4.14: Hızlı sinterleme prosedürü ardından kesme makaslama bağlantı testi uygulanan kumlama grubu analizi



Şekil 4.15: Hızlı sinterleme prosedürü ardından kesme makaslama bağlantı testi uygulanan Er-YAG grubu analizi



Şekil 4.16: Hızlı sinterleme prosedürü ardından kesme makaslama bağlantı testi uygulanan Nd-YAG grubu analizi

Kesme makaslama testinin uygulanması ardından örneklerin SEM analizleri incelendiğinde özellikle Er-YAG ve Nd-YAG gruplarının koheziv kopmalara daha çok maruz kaldığı ve yüzeyde diğer gruplara oranla daha fazla porselen parçacıkları gözlenmektedir. Kontrol grubunda gözlenen porselen miktarı göreceli olarak kumlama grubundan fazladır. Özellikle kumlama grubunda kesme makaslama testi ardından adheziv kopma sonucu yüzeydeki porselen miktarının daha düşük olduğu analiz edilmiştir.

5.TARTIŞMA

Hastaların estetik beklentilerindeki artış ve diş hekimliğinde sıkça kullanılan metal destekli restorasyonların toksik ve alerjik etkilerinden ötürü , 20. yüzyılın sonlarından itibaren yeni bir seramik materyal olan zirkonya esaslı restorasyonlara yönelim başlamıştır. Biyomateryal olarak kısa sürede alümina esaslı restorasyonlara da popüler bir alternatif haline gelen zirkonya endodontik postlardan, ortodontik braketlere ve protetik olarak kron-köprü restorasyonlara kadar geniş bir uygulama alanına sahiptir. Zirkonya esaslı seramikler 900 MPa'a kadar ulaşan yüksek kırılma direnci sayesinde, metal desteksiz sabit bölümlü protetik restorasyonlarda ön plana çıkmaya başlamıştır. (58)

Zirkonyanın klinik başarısını etkileyen en önemli faktörlerden biri sinterleme aşamasıdır. Sinterleme esnasında ulaşılan maksimum sıcaklık derecesi ve ısıtma yöntemi zirkonyanın fiziksel ve mekanik özelliklerini etkilemektedir. Özellikle ulaşılan en yüksek sıcaklık ve bu derecede bekletme süresi ışık geçirgenliği, yoğunluğu, yüzey pürüzlülüğü ve zirkonya kristallerinin partikül boyutuna direkt etkide bulunmaktadır. Literatürde farklı sinterleme uygulamalarının zirkonya üzerinde oluşturduğu mekanik değişikliklerin incelendiği çalışmalar mevcuttur.

Klinik uygulama sürelerinin kısaltılması amacıyla yeni yeni sinterleme işlemleri uygulamaya sokulmaktadır. Burada amaç daha kısa süre zarfında daha güçlü bir materyal elde etmektir. Bu gelişmelere paralel olarak bu çalışmada zirkonyaya daha kısa süreli sinterleme işlemi uygulanmıştır.

Hjerppe ve ark. (59), farklı şekilde sinterlenmiş zirkonya seramiklerin rezin simanla bağlantısında farklı yüzey işlemlerinin etkisini araştırdıkları bir çalışmada örneklerine uzun sinterleme olarak 1500 °C'de 2 saat kalacak şekilde, kısa sinterleme olarak 1500 °C'de 1 saat kalacak şekilde sinterleme işlemi uygulamışlardır. Hjerppe çalışmasında ısıyı sabit tutarak en yüksek sıcaklık değerine çıkma ve burada bekletme sürelerinde değişikliğe gitmiş ve sonucunda biaksiyel bükme testi uyguladığı örneklerin mekanik özelliklerinde istatistiksel olarak anlamlı bir değişimin olmadığını belirtmişlerdir.

Çalışmamızdaysa çıkılan en yüksek sıcaklık değerleri değiştirildiği için bükme dayanım değerlerinde fark tespit edilmiştir. Çalışmamız dolaylı olarak sinterleme prosedüründeki sıcaklık değişimi olmadan süresel değişimin mekanik özelliklere etkisinin olmayacağı noktasında Hjerppe ile örtüşmektedir.

Ersoy ve ark. (60), sinterleme sıcaklığı ve bekletme süresinin zirkonyanın bükme dayanımı ve gren büyüklüğüne etkisini karşılaştırdıkları çalışmada 1510 °C'de 120 dakika, 1540 °C'de 25 dakika ve 1580 °C'de 10 dakika süreli sinterleme işlemini uygulamışlardır. En yüksek kırma dayanımını 1580 °C'de 10 dakika sinterlemede tespit etmiştir. Örneklerin XRD analizindeyse bütün örneklerin ICDS kodlu tetragonal zirkonya ile örtüşüğünü tespit etmiş ve partikül boyutunda gruplar arasında herhangi bir fark olmadığını belirtmişlerdir.

Çalışmamız, yüksek sinterleme derecesi ve kısa sinterleme süresi kombinasyonun zirkonyanın bükme direncini artırması bakımında Ersoy ve ark. yaptığı bu çalışmayla paralellik göstermektedir. XRD analiz karşılaştırıldığında çalışmamızdaki örneklerde tetragonal zirkonya ile örtüşme yönünden bu çalışmayla benzerlik göstermektedir. Partikül boyutları bakımından karşılaştırıldığında çalışmamızda Ersoy ve ark.'nın yaptığı çalışmadan farklı olarak sıcaklık artışıyla beraber partikül boyutlarında artış gözlenmiştir. Bu değişimin sebebi olarak Ersoy ve ark. çalışmasında tüm sinterleme derecelerinin 1500 °C üzerinde iken çalışmamızda klasik sinterlenen gruba 1480 °C'lik bir sinterleme uygulanmasının olduğu düşünülmektedir.

Stawarczyk ve ark. (61), zirkonyanın sinterleme derecesinin bükme dayanımı, partikül büyüklüğü ve sertliğine etkisini araştırdıkları çalışmada sinterleme prosedürlerini 1,300°C, 1,350°C, 1,400°C, 1,450°C, 1,500°C, 1,550°C, 1,600°C, 1,650°C ve 1,700°C'de iki saat bekleme süresi olacak şekilde uygulamışlardır. Sinterleme sonrası üç nokta bükme dayanımları ölçülen örneklerde en yüksek değerler 1500 °C'lik sinterleme grubundayken 1400-1550 °C'leri arasındaki bükme dayanımı genel olarak diğer sinterleme derecelerinden yüksek bulunmuştur. En düşük bükme dayanımı ise 1700°C'lik sinterleme grubunda olduğunu vurgulamışlar bunun nedeni olarak yükselen sıcaklıkla beraber stabilizasyonu sağlayan yitriumun partikül sınırına doğru hareketi olduğunu belirtmişlerdir. Partikül boyutlarının ise yükselen sıcaklıkla beraber arttığını vurgulamışlardır.

Elde ettiğimiz veriler 1480 °C' den 1510 °C' ye yükselen sıcaklık değerinin zirkonyanın bükme dayanımını artırması noktasında Stawarczyk ve ark. ile örtüşmektedir. Ayrıca çalışmamızda partikül boyutlarının değerlendirilmesinde sinterleme prosedüründe uygulanan sıcaklık değerindeki yükselişin partikül boyutlarında artış sağlaması bakımından Stawarczyk ve ark. yaptığı çalışmayla paralellik göstermektedir.

Ebeid ve ark. (62) sinterleme parametrelerindeki değişimin translusent monolitik zirkonya üzerindeki etkilerini araştırdıkları çalışmada 1460 °C, 1530 °C ve 1600 °C' de 1, 2 ve 4

saatlik sinterleme işlemleri uygulanmışlar. Örneklerde gerçekleşen partikül büyüklük değişim miktarı ve üç nokta bükme dayanımını incelemiştirlerdir. Biaksiyel bükme dayanım sonuçlarında istatistiksel olarak anlamlı bir fark gözlemlenmezken, yükselen sinterleme sıcaklıklarıyla beraber partikül büyüklüklerinde istatistiksel olarak anlamlı bir artış gözlemlenmiştirlerdir.

Çalışmamız sonucunda elde ettiğimiz veriler Ebeid ve ark.'nın bulgularıyla karşılaştırıldığında sinterleme sıcaklığındaki artışla beraber görülen partikül büyümesinin oluşması açısından örtüşürken biaksiyel bükme dayanımında örtüşmemektedir. Bunun nedeni olarak malzemeye uygulanan testler ve boyutlar benzerlik göstermesine rağmen sıcaklık artışıyla beraber daha önceki çalışmalar bizim bulgularımızı desteklerken Ebeid' in farklılık oluşturabilecek tek noktası kullandığı zirkonya blokların translüent olmasında ötürü olabileceği düşünülmektedir.

Yenisey ve ark. (63) farklı şekilde sinterlenmiş zirkonya seramiklerin rezin simanla bağlantısında farklı yüzey işlemlerinin etkisini araştırdıkları çalışmada örneklerin yarısına uzun sinterleme (1500 °C'de 2 saat kalacak şekilde toplam 3 saat), diğer yarısına da kısa sinterleme (1500 °C'de 1 saat kalacak şekilde toplam 1 saat 30 dakika) uygulamıştır. Örneklere içerisinde kontrol, kuşlama (110 µm Al₂O₃, 10 sn, 2.8 bar, 10 mm) ve Er-YAG lazer (kuşlama sonrası 6 W, 120 mJ, 50 Hz, 5 sn lazer uygulamasını ardından silan sürüldü) gruplarını da içeren toplam 10 çeşit yüzey işlemi uygulandıktan sonra 1mm/dk kafa hızında makaslama bağlantı dayanımı testi yapıldı. Sonuçlar incelendiğinde hem hızlı hem uzun sinterlenen grupta kontrol grubu en düşük bağlantı dayanımını gösterirken, Er-YAG lazer uygulanan grubun bağlantı dayanımı her iki sinterleme prosedüründe de kuşlama grubundan daha yüksek bulundu.

Çalışmamızdaki makaslama bağlantı dayanımı sonuçları incelendiğinde kuşlama ve lazer uygulamasının bağlantı dayanımını arttırması bakımından Yenisey ve ark. ile örtüşmektedir. Çalışmamızda hızlı sinterlenen örneklerde Er-YAG lazer uygulanan grubun bağlantı dayanımları Yenisey ve ark.'nın çalışmasında olduğu gibi kuşlama grubundan yüksekken, klasik sinterlenen kuşlama grubu Er-YAG lazerden daha üstün bağlanma dayanımı göstermiştir. Bu durumun sebebi olarak da Yenisey ve ark.'nın çalışmasında Er-YAG lazer grubunda çalışmamızdan farklı olarak silan uygulamasının yapılması düşünülmektedir.

Akar (64), zirkonya ve veneer seramikler arasındaki bağlantıya farklı fırınlama uygulamalarının etkisini araştırdığı çalışmada örneklere iki farklı sinterleme prosedürü uygulamıştır. Kısa sinterlemede 1400 °C'de 2 saat kalacak şekilde toplamda 10 saat, uzun sinterlemede ise 1400 °C'de 2 saat kalacak şekilde toplamda 18 saatlik fırınlama uygulandı. Tüm örnekler 50 µm Al₂O₃ partikülleri ile 0,4 MPa basınç altında ve yüzeye 10 mm uzaklıktan, 15 saniye süreyle kumlandı. Makaslama bağlantı dayanımı 0,5 mm/dk kafa hızı ile uygulandı. Sonuçlar incelendiğinde uzun sinterlenen gruptaki örneklerin makaslama testi bağlantı değerleri daha yüksek bulundu.

Çalışmamızdaki makaslama bağlantı dayanımı sonuçları incelendiğinde kumlama uygulanan örneklerin uzun sinterlenen gruptaki bağlantı dayanımı hızlı sinterlenen gruptan istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksek olduğundan Akar'ın çalışması ile paralellik göstermektedir.

Tinschert ve ark. (65) değişik materyallerle ürettikleri metal alt yapı içermeyen protezleri karşılaştırdığı çalışmalarında zirkonya destekli seramikleri tam seramik sistemlere göre daha yüksek bükülme direncini sahip olduğunu göstermişlerdir. Sailer ve ark. (66) zirkonyadan üretilmiş köprü protezlerinin 3,5 yıllık ağızda kalma başarısını %84 olarak rapor etmişlerdir. Başarısız olarak belirtilen kısmın %11'inde ise zirkonya ile porselen arasında ayrılmanın olduğunu vurgulamışlardır. Tinschert ve ark. (67) DCS-President sistemi ile ürettikleri zirkonya köprü protezlerinin 3 yıl sonunda başarı oranının %86 olarak belirtirken protezlerin %6'sında zirkonya porselen bağlantısında ayrılmalar olduğu gözlemlenmiştir. Koçak (68) ise Cercon sistemi kullanarak yaptığı bir çalışmada zirkonya köprü protezlerini mikroskopik olarak inceleyerek kırık hatlarının en çok alt yapıdaki zirkonya ile üst yapı porseleni arasında olduğunu belirtmiştir.

Yukarıdaki çalışmalarda da görüldüğü üzere tam seramik sistemlerin uzun dönem başarısında alt ve üst yapının bağlantısı çok önemlidir. Literatürde yer alan birçok çalışmada zirkonyanın üst yapı porseleni ile bağlantısını arttırmak amacıyla sinterleme öncesi veya sonrası birçok yüzey şartlandırma işleminin uygulandığı göze çarpmaktadır.

Üşümez ve ark. (69) zirkonya üzerine uyguladıkları farklı yüzey işlemlerinin rezin siman bağlantısına etkisini araştırdıkları çalışmada gruplara %9,5 hidroflorik asit; 110 µm gren boyutundaki alümina ile 2.8 bar basınç altında 15 saniye 10 mm uzaklıktan kumlama; 1,064 dalga boyunda 60 saniye boyunca 200 mJ enerjide, tekrar hızı 10 Hz. ve her atım arası 180 µs olacak şekilde Nd-YAG lazer uygularken diğer grupta da Nd-YAG lazeri her atım arası 320

µs olacak şekilde uygulamıştır. Araştırmacılar Nd-YAG lazer uygulanan grupların en büyük yüzey pürüzlülüğü değerlerine sahip olduğunu tespit ederken en düşük yüzey pürüzlülüğünü kontrol gurubunda tespit etmiş fakat hidroflorik asit ve kumlama guruplarıyla arasında anlamlı bir fark bulunmadığını vurgulamıştır. Bağlantı değerlerinde ise lazer uygulanan gurupların anlamlı bir şekilde daha yüksek bağlantı dayanımı gösterdiğini belirtmiştir.

Çalışmamızın sonuçları yukarıda anlatılan çalışma ile yüzey pürüzlülük değerleri noktasında paralellik göstermektedir. Elde ettiğimiz veriler sonucunda her iki çalışmada da farklı parametreler uygulansa da Nd-YAG lazer uygulanan gurup yüzey pürüzlülüğünde yüksek değeri vermiştir. İki çalışma karşılaştırıldığında yüzey pürüzlülük değerlerinin en yüksek Nd-YAG lazer grubunda sonrasında kumlama ve en son kontrol grubunda gözlemlenmesi bakımından örtüşmektedir. Kesme makaslama testi sonuçları incelendiğinde Nd-YAG lazer uygulanan guruptaki bağlantı dayanımının en yüksek, sonrasında kumlama ve en düşük değerlerin kontrol gurubunda gözlenmesi açısından çalışmamızla paralellik göstermektedir.

Kırmalı (10) yaptığı çalışmada, zirkonyum üzerine sinterleme öncesi farklı yüzey işlemlerini uygulayarak yüzey pürüzlülük değerlerini sinterizasyon öncesinde ve sonrasında değerlendirmiş ve üzerine uygulanan bir üst yapı porseleniyle bağlanma dayanımını incelemiştir. Oluşturduğu guruplar: kontrol grubu; 100 mJ, 1 W, 10 Hz enerji ile 10 mm yukarıdan 20 sn' lik Nd-YAG lazer grubu; 150 mJ, 1,5 W, 10 Hz enerji ile 10 mm yukarıdan 20 sn olacak şekilde Er-YAG lazer grubu; 0,5 MPa basınçla 10 mm uzaklıktan, 15 sn süreyle 120 µm' luk Al₂O₃ partikülleri ile uygulanan kumlama grubu; liner; Nd-YAG+liner grubu; Er-YAG+liner grubu; kumlama+Nd-YAG grubu; kumlama+Er-YAG grubu; kumlama+liner şeklindedir. Sinterleme sonrası yüzey pürüzlülükleri açısından en yüksek sonuç Er-YAG grubunda sonrasında ise sırasıyla kumlama, Nd-YAG ve kontrol grubunda bulmuştur. Kesme makaslama bağlantı dayanımları karşılaştırıldığında en yüksek bağlantı dayanımı kumlama grubunda sonra sırasıyla Er-YAG, kontrol ve Nd-YAG guruplarında olduğunu tespit etmiştir.

Çalışmamızda ise yüzey pürüzlülük değeri en fazla Nd-YAG lazer kullanımı sonucunda elde edilmesi açısından Kırmalı' nın çalışmasıyla farklılık gösterirken Er-YAG lazer uygulanan grubun kumlamadan ve kontrol grubundan daha yüksek bir pürüzlülük oluşturması açısından paralellik göstermiştir. Makaslama bağlanma dayanımı değerleri karşılaştırıldığında iki çalışmada da kumlama uygulanan guruplarda en yüksek değerler tespit edilmiştir. Ancak Nd-YAG lazer uygulanan guruplar incelendiğinde çalışmamızda en yüksek ikinci bağlantı

dayanımı gösterirken Kırmalı' nın çalışmasında en düşük değerleri vermiştir. Nd-YAG lazer grubundaki oluşan farklılığın Kırmalı' nın yaptığı çalışmada yüzey şartlandırma işleminin sinterizasyon öncesinde olmasında kaynaklandığı düşünülmektedir.

Turp ve ark. (70) Er-YAG lazer ve kumlama ile pürüzlendirme sonrasında zirkonya yüzeyinde oluşan değişiklikleri inceledikleri çalışmada kumlama ve 3 değişik enerji seviyesinde Er-YAG lazer uygulamıştır (100, 200 ve 300 mJ). Çalışma sonucunda uygulanan parametreler değişiklik gösterse de Er-YAG lazer grubundaki tüm örneklerin yüzey pürüzlülüğü kumlama grubundan daha yüksek sonuçlar vermiştir. Bu noktada Turp ve ark. elde ettiği bulgular çalışmamızla birebir örtüşmektedir.

Göze (9) yaptığı çalışmada zirkonya ve titanyum metal alt yapılar üzerine kumlama işlemi uyguladıktan sonra farklı lazer uygulamalarının porselen bağlantı dayanımına etkisini araştırmıştır. Gruplara 150 mJ' lük Nd-YAG ve Er-YAG lazer uygulaması yapmıştır. En yüksek makaslama bağlantı değerleri kumlama grubunda sonrasında ise kumlama üzerine uygulanan sırasıyla Nd-YAG ve Er-YAG lazerde bulunmuştur. SEM analizi sonuçlarına bakıldığında ise özellikle Nd-YAG lazer uygulanan gruplarda mikroçatlak alanları tespit ettiğini vurgulamıştır.

Yapılan bu çalışma, makaslama bağlanım değerleri açısından değerlendirildiğinde en yüksek değerlerin kumlama grubunda elde edilmesi açısından yaptığımız çalışma ile örtüşmektedir. Göze yaptığı çalışmada kumlama işlemi standart olarak uyguladığı için bağlantının değerlerinin sonraki sıralaması bizim yaptığımız çalışmayla da örtüşecek şekilde Nd-YAG ve Er-YAG gruplarında bulmuştur. Bu iki çalışmada da benzerlik gösteren diğer bir bulgu zirkonya materyali zayıflatacağını düşündüğümüz Nd-YAG uygulamaları sonucunda oluşan çatlaklardır.

Dörterler (71), kumlama ve lazerle yapılan pürüzlendirmenin zirkonyum oksit seramiklerin bağlantı gücüne etkisini incelediği çalışmada; kontrol grubu, kumlama grubu (125 µm'lik Al₂O₃) ve Nd-YAG lazer grupları (kumlama öncesi ve sonrası 80 mJ ve 120 mJ uygulanarak) oluşturdu. Örneklerin SEM analizleri incelendiğinde özellikle Nd-YAG lazer uygulanan gruplarda zirkonya yüzeyinde çukur alanların ve koyu renklenmenin olduğu dikkat çekti. Kesme makaslama bağlantı dayanımları incelendiğinde Nd-YAG lazerin farklı atım enerjileri karşılaştırıldığında anlamlı fark bulunmazken, en yüksek değerler kumlama yapılmamış Nd-YAG lazer grubunda sonrasında sırasıyla kumlama+Nd-YAG lazer, kumlama ve kontrol grubu olarak sıralandı.

Çalışmamızın SEM analizi incelemesinde gözlenen Nd-YAG lazer uygulanan örnek yüzeylerindeki çukur ve koyu renklenme oluşumu Dörterler'in çalışmasıyla örtüşmektedir. Makaslama bağlantı dayanım sonuçları karşılaştırıldığında ise Nd-YAG lazer ve kumlama uygulanan grupların kontrol grubuna oranla daha yüksek çıkması açısından örtüşmektedir. En yüksek bağlanma değerleri çalışmamızda Dörterler'in çalışmasından farklı olarak kumlama grubunda gözlemlendi, bu durumun sebebi olarak da Nd-YAG lazer uygulamasını daha yüksek atım enerjisiyle uygulamamızdan olduğu düşünülmektedir.

Holoğlu'nun (72), zirkonyum oksit esaslı alt yapılara uygulanan farklı yüzey işlemlerinin değişik üst yapı porselenlerinin bağlanma dayanımlarına etkisini incelediği çalışmada örnekleri yüzey işlemleri öncesi, çıkılan en yüksek sıcaklık 1500 °C olacak şekilde toplamda 16 saat sinterlenmiştir. Çalışmada kontrol gurubu, kumlama gurubu (50 µm Al₂O₃, 4 MPa basınç, 10 mm mesafe, 20 sn), frezleme gurubu (su soğutması altında, 40 000 rpm hız), asit gurubu (60 sn %9,6'lık hidroflorik asit) ve Er-YAG lazer gurubu (10 Hz, 150 mJ, 8–10 mm uzaklık, 60 sn) oluşturulmuştur. Kesme makaslama bağlantı dayanımları incelendiğinde en yüksek değerler frezleme yapılan grupta bulunurken sonrasında sırasıyla kumlama, lazer, asit ve kontrol gurubunda bulundu.

Çalışmamızda analiz edilen makaslama bağlantı dayanımları Holoğlu'nun çalışmasıyla kıyaslandığında en yüksek bağlanma dayanımının kumlama sonrasında Er-YAG lazer ve en az kontrol grubunda gözlenmesi bakımından Holoğlu'nun çalışmasıyla paralellik göstermektedir.

Akın ve ark. (73), zirkonya yüzeyine uygulanan kumlama ve çeşitli lazer uygulamaları ardından rezin siman bağlantısını değerlendirdikleri çalışmada; kontrol, kumlama (120 µm, 2 bar, 10 sn 10 mm) , Er-YAG lazer (2,94 µm, 10 Hz, 150 mJ, 1,5 W, 20 sn, 10 mm), kontakt Nd-YAG lazer (1064 µm, 30 sn, 80 mJ, 10 Hz, 0.8 W), non-kontakt Nd:YAG lazer ve CO₂ lazer gurupları oluşturuldu. Resin siman ile simante edilen örneklerin 1 mm/dk kafa hızı ile kesme makaslama bağlantı dayanımları ölçüldü. Çalışma sonuçları analiz edildiğinde en yüksek bağlantı dayanımı kontak Nd-YAG lazerdeyken sonrasında sırasıyla Er-YAG lazer, kumlama ve kontrol gurubunda bulundu.

Çalışmamızın sonuçları Akın ve ark.'nın çalışmasıyla karşılaştırıldığında makaslama bağlantı dayanımı açısından Nd-YAG lazer gurubunun Er-YAG lazer gurubundan üstün sonuç oluşturması ve her iki gurubun da kontrol gurubundan yüksek bulunması bakımından örtüşürken, kumlama ve kontrol gurupları arasında anlamlı bir fark bulunmaması bakımından

paralellik göstermemektedir. Bu durumun sebebinin, Akın ve ark.'larının çalışmasında kumlama gurubunda daha düşük basınç uygulamalarından ötürü olduğu düşünülmektedir.

Tanış ve ark.'nın (74), zirkonyanın farklı yüzey işlemleri ve MDP monomeri uygulamasının rezin siman bağlantısına etkisini araştırdıkları çalışmada örneklere 1500 °C'de 8 saat sinterleme prosedürü uygulanmıştır. Kumlama (50 µm Al₂O₃, 10 mm, 2.5 bar, 15 sn) ve Nd-YAG lazer (kumlama sonrası 100 mJ, 2 W, 20 Hz) gurupları oluşturuldu. Yüzey işlemlerinin ardından iki farklı rezin siman uygulaması yapılan örneklerin makaslama bağlantı dayanımları incelendiğinde Nd-YAG lazer gurubu kumlama gurubundan daha yüksek değer gösterdi. Yapılan SEM analizleri incelendiğinde ise kumlama işleminin yüzey pürüzlülüğünü arttırdığı ve Nd-YAG lazer uygulanan yüzeyde pürüzlenme ve mikroçatlakların gözlemlendiği belirtildi. (74)

Çalışmamızın SEM analizleri incelendiğinde kumlama ve Nd-YAG lazer guruplarında pürüzlenme gözlenmesi ve Nd-YAG lazer gurubunda mikroçatlakların oluşumu bakımından Tanış ve ark.'nın çalışmasıyla paralellik göstermektedir. Makaslama bağlantı dayanımları karşılaştırıldığında ise çalışmamızda Nd-YAG lazerin bağlantı dayanımı kumlama gurubundan düşük bulunmuştur. Bu farklılığın sebebinin ise çalışmamızda Tanış ve ark.'nın çalışmasından farklı olarak kumlama gurubunda daha yüksek partikül büyüklüğü ve basınç uygulamamızdan dolayı olduğu düşünülmüştür.

Güney (75), sinterleme öncesi ve sonrası uygulanan farklı yüzey işlemlerinin zirkonyanın bükülme dayanımına etkisini araştırdığı çalışmada kontrol, kumlama (110 µm Al₂O₃, 0,5 MPa, 10 mm, 15 sn) , Er-YAG lazer (150 mJ, 1,5 W, 10 Hz, 10 mm, 20 sn) ve Nd-YAG lazer (100 mJ, 1 W, 10 Hz, 10 mm, 20 sn) gurupları oluşturuldu. Örneklerin SEM analizleri incelendiğinde sinterleme öncesi ve sonrasında yapılan kumlama, Er-YAG ve Nd-YAG lazer uygulamalarının yüzeyde pürüzlü alanlar oluşturduğu ve özellikle Nd-YAG lazer uygulanan grupta çok sayıda mikroçatlak oluştuğu belirtildi.

Çalışmamızın SEM analizleri incelendiğinde sinterleme sonrası uygulanan yüzey işlemleri sonucu oluşan görüntülerin Güney'in çalışmasındaki görüntülerle benzerlik göstermesinden ve Nd-YAG lazer uygulanan grupta mikroçatlak oluşumundan ötürü paralellik göstermektedir.

Kasraei ve ark. (76), CO₂ ve Er:YAG lazer ile yüzey şartlandırılması yapılmış zirkonyanın rezin siman ile bağlantısını değerlendirdikleri çalışmada tüm örneklere

1,530°C'de 1 saat kalacak şekilde toplam 6 saat sinterleme uygulamışlardır. Kontrol gurubu, CO₂ lazer gurubu (10.6 µm, 100 Hz, 160 ms, 3W, 265.39 J/cm²) ve Er-YAG lazer guruplarına (2,940 nm, 50 µs, 2 W, 10, 200 mJ) makaslama bağlantı dayanım testi uygulandı. Sonuçlar istatistiksel olarak analiz edildiğinde en yüksek bağlantı dayanımı CO₂ lazer grubunda bulunurken sonrasında sırasıyla Er-YAG lazer ve kontrol gurupları takip etti. SEM analizleri incelendiğinde, Er-YAG lazer görüntülerinde çukur ve kabarık alanlar görülürken, çatlak oluşumu gözlenmedi.

Çalışmamızın sonuçları Kasraei ve arkadaşları ile karşılaştırıldığında Er-YAG lazer gurubunun makaslama bağlantı dayanımını istatistiksel olarak anlamlı derecede arttırması, SEM analizlerinde pürüzlü bir yapı göstermesi ve çatlak oluşturmaması bakımından paralellik göstermektedir.

Yukarıda da vurgulanan ve yaptığımız çalışmayla karşılıklı olarak değerlendirilen literatür özetleri dikkate alındığında zirkonya örneklerde kumlama işlemi için kullanılan Al₂O₃' in gren boyutu 50 ile 125 µm arasında değişiklik göstermektedir. Biz de kendi çalışmamızda 110 µm olacak şekilde Al₂O₃ tercihi bulduk.

Literatür incelendiğinde rezin siman veya porselen bağlantısı testlerinin yapılacağı zirkonya örneklerin yüzey işlemlerinde kullanılan lazer uygulamalarında, genel olarak kullanılan değerlerinden atım gücü 1 W ile 6 W arasında, atım enerjisi 100 mJ ile 300 mJ arasında değişim göstermektedir. Atım aralığı ise çoğunlukla 10 Hz olarak ayarlanmıştır. Bizde bu bilgiler ışığında çalışmamızda uyguladığımız Er-YAG ve Nd-YAG lazerlerde 150 mJ atım enerjisi, 10 Hz atım aralığı ve 1,5 W atım gücünü tercih ettik. (77-79)

6. SONUÇLAR

Bu çalışmada hızlı ve klasik sinterleme uygulanan zirkonyanın farklı yüzey işlemlerinin uygulanması ardından porselen bağlantısı ve yüzey pürüzlülüğü değerlendirilmiştir. Ayrıca hızlı ve klasik sinterlenen zirkonyanın üç nokta bükme testi dayanıklılığı, SEM analizleri ve XRD analizleri karşılaştırılmıştır. Aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır:

1. Hızlı ve klasik sinterlenen iki grubun üç nokta bükme dayanımları incelendiğinde $p < 0,05$ bulunduğundan istatistiksel olarak anlamlı bir fark gözlemlendi. Test sonuçları analiz edildiğinde hızlı sinterlenen grubun üç nokta bükme dayanımı klasik sinterlenen gruptan yüksek bulundu.
2. Yüzey pürüzlülük değerleri incelendiğinde gruplar arasında anlamlı farklar bulundu. Hem klasik hem de hızlı sinterlenen gruplara bakıldığında farklı sinterleme prosedürünün grupların yüzey pürüzlülük sıralamasını değiştirmedeği gözlemlendi. En yüksek yüzey pürüzlülük değerleri Nd-YAG lazer uygulanan grupta gözlemlenirken sonrasında sırasıyla Er-YAG lazer, kumlama ve kontrol gruplarında bulundu.
3. Kesme makaslama bağlantı dayanımı sonuçları incelendiğinde hızlı ve klasik sinterlenen gruplarda farklı sıralamalar oluştu. Hızlı sinterleme prosedürü uygulanan örneklerde en yüksek bağlantı dayanımı Nd-YAG lazer grubundayken sonrasında sırasıyla Er-YAG lazer, kumlama ve kontrol gruplarında olduğu rapor edildi. Klasik sinterlenen grupta ise en yüksek bağlantı dayanımı kumlama uygulanan grupta bulunurken sonrasında sırasıyla Nd-YAG lazer, Er-YAG lazer ve kontrol gruplarında gözlemlendi. Bu farkın oluşmasındaki sebebin hızlı sinterlenen örneklerin daha yüksek sıcaklıkta sinterlenmesinden ötürü zirkonyanın kristal boyutundaki büyümeden dolayı olabileceği ve böylece yüzey şartlandırma işlemlerinden farklı şekilde etkilenebileceği düşünüldü.
4. Hızlı ve klasik sinterlenen örneklerin farklı yüzey işlemleri ve makaslama bağlantı dayanımı testi ardından SEM analizleri incelendiğinde en pürüzsüz ve homojen görünüm veren görüntüler kontrol grubunda bulunurken en çok morfolojik değişiklikler Nd-YAG ve Er-YAG lazer grubunda gözlemlenmiştir. Ayrıca hızlı ve klasik sinterleme ardından Nd-YAG lazer uygulanan her iki grupta da mikroçatlak oluşumları ve koyu renkli alanlar tespit edilmiştir.

5. Hızlı ve klasik sinterlenen zirkonya örnekler XRD analizi ile incelendiğinde iki grubun da tetragonal zirkonya pik değerleri ile uyum gösterdiği görülmüştür. XRD analizi sonucu klasik sinterlenen grubun pikleri daha geniş ve daha düşük şiddetli olduğu tespit edilirken, hızlı sinterlenen grubun kristal boyutu daha yüksek çıkmıştır.



KAYNAKLAR

- 1) Shillinburg H T, Hobo S, Whitsett L D, Jacobi R, Brackett S E: Sabit Protezin Temelleri, 3. Baskı İstanbul 2010, 431-33.
- 2) Ersoy A E: Diş Hekimliğinde Sabit Protezler, 2. Basım, İstanbul 2015, 129-32.
- 3) Volkan Turp: Farklı Ph Ortamlarında Zirkonya Seramiklerinin Sertlik Ve Kırılma Mukavemetinin Mikroyapı Analizi İle İncelenmesi, Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, İSTANBUL 2010, 1-4.
- 4) Merve ÇAKIRBAY: Farklı Yüzey Şekillendirme İşlemlerinin Zirkonya Rezin Siman Bağlantı Dayanıklılığına Etkilerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, ANKARA 2014, 1-2.
- 5) Korkmaz C: Hıp Ve Non-Hıp Zirkonya Bloklardan Cad-Cam Yöntemi İle Üretilen Kuron Kopinglerinin Marjinal Uyumlarının Karşılaştırılması, Doktora Tezi, Gülhane Askeri Tıp Akademisi Sağlık Bilimleri Enstitüsü Müdürlüğü, ANKARA 2011, 1-6.
- 6) Demet EVLİ: Zirkonyum Esaslı Seramiklerin Bağlantı Dirençlerinin Değerlendirilmesi, Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, ANKARA 2008, 1-19.
- 7) Merve Songül Güdük: Farklı Yüzey İşlemleri Uygulanan Zirkonya Seramik ile Adeziv Reçine Siman Bağlantısının İn Vitro Olarak Değerlendirilmesi, Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, İSTANBUL 2014, 1-2.
- 8) Özden Ormancı: Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı Malzeme Mühendisliği Programı, Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İSTANBUL 2012, 10-2.
- 9) Ayşegül Göze: Zirkonyum Ve Titanyum Metal Alt Yapılara Yüzey Şartlandırma Amacıyla Uygulanan Farklı Lazer Sistemlerinin Porselen Bağlantı Dayanımı Üzerine Etkilerinin İncelenmesi, Uzmanlık Tezi, C.Ü.Dişhekimliği Fakültesi, SİVAS 2015, 7-15.
- 10) Ömer Kırmalı: Farklı Yüzey Şartlandırma İşlemleri Uygulanmış Zirkonyum Oksit Esaslı Alt Yapı Üzerine Uygulanan Bir Üst Yapı Porseleninin Bağlanma Dayanımının İncelenmesi, Doktora Tezi, , C.Ü.Dişhekimliği Fakültesi, SİVAS 2012, 1-30.
- 11) Zaimoğlu A, Yüksel E: Farklı Yüzey Özelliklerine Sahip Zirkonyum ile Farklı Fabrikasyon Yöntemleri ile Üretilen Veneer Seramikleri Arasındaki Bağlantının Fizik Yeterliliğinin Değerlendirilmesi, A. Ü. Bilimsel Araştırma Projeleri, 2011, 4-6.

- 12) De Jager, N., Pallav, P., Feilzer AJ: The influence of design parameters on the FEA-determined stress distribution in CAD-CAM produced all-ceramic dental crowns. Dent Mater, 2005, 21(3), 242-51.
- 13) White, SN., Miklus, VG., McLaren, EA., Lang, LA., Caputo, AA. Flexural strength of a layered zirconia and porcelain dental all-ceramic system. J Prosthet Dent, 2005, 94(2), 125-31.
- 14) Mijoska A, Popovska M: Evaluation of zirconia bonding to veneering porcelain, Macedonian pharmaceutical bulletin, 2014, 2, 51-52.
- 15) Elif YILMAZ: Seryum Oksit İlaveli Alümina-Zirkonya Kompozitlerinin Spark Plazma Sinterleme Yöntemi İle Üretimi Ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, İSTANBUL 2011, 17-25.
- 16) Bultan Ö, Öngül D, Türkoğlu P: Zirkonyanın Mikroyapılarına Ve Üretim Şekillerine Göre Sınıflandırılması, İstanbul Üniversitesi Dişhekimliği Fakültesi Dergisi, 44, 197-204.
- 17) Kırmalı Ö, Özdemir A.K : Zirkonya Esaslı Seramikler, İnönü Üniversitesi Sağlık Bilimleri Dergisi, 2012, 2, 15-8.
- 18) Rona Nergiz: Elektro Erozyon Yönteminin Zirkonyum Oksit Seramikler Üzerindeki Etkilerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, O.Ü. Diş Hekimliği Fakültesi, SAMSUN 2014, 10-6.
- 19) Piconi C, Maccauro G: Zirconia as a ceramic biomaterial, Biomaterials, 1999, 20, 1-25.
- 20) Bultan Ö, Öngül D, Türkoğlu P: Zirkonyanın Mikroyapılarına Ve Üretim Şekillerine Göre Sınıflandırılması, İ.Ü Dişhekimliği Fakültesi Dergisi, 2010, 44, 197-204.
- 21) Sarıdağ S, Tak O, Alınçık G: Basic properties and types of zirconia, W J S, 2013, 2, 40-47.
- 22) Koçak A, Türker Ş B: Diş Hekimliğinde Zirkonyum, Atatürk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi, 2006, 16, 1, 41-5.
- 23) Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L: The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic, Dental Materials, 1999, 15, 426-33.
- 24) Çelik M, Bural C, Bayraktar G: Diş Hekimliğinde Zirkonya Uygulamaları, Atatürk Üniv. Diş Hek. Fak. Dergisi, 2014, 8, 106-16.
- 25) Hjerpepea J, Vallittu P K, Fröberg K, Lassila L V J: Effect of sintering time on biaxial strength of zirconium dioxide, Dental Materials, 2009, 25, 166-171.

- 26) Anusavice KJ, Shen C, Rawls HR. Phillips: Science of Dental Materials. 12th Ed., Philadelphia, Elsevier Mosby. 2012; 418-73.
- 27) Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R: Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: Where are we now?, Dental Materials, 2011, 27, 71–82.
- 28) Bona A D, Pecho O E, Alessandretti R: Zirconia as a Dental Biomaterial, Materials, 2015, 8, 4978-991.
- 29) Çelik Öykü: Tüm Seramik Kronlar, Bitirme Tezi, E.Ü. Diş Hekimliği Fakültesi, İZMİR 2010, 21-2.
- 30) Amat N F, Muchtar A, Yahaya N, Ghazali M J: Zirconia as a Dental Restorative Material, Australian Journal of Basic and Applied Sciences, 2012, 6, 9-13.
- 31) Guazzato M, Albakry M, Ringer S P, Swain M V: Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics, Dental Materials, 2004, 20, 441–48.
- 32) Özen J, Yelken S: Protetik uygulamalarda zirkonyum, Dental Tribune Türkiye Baskısı, 6-8.
- 33) Yüçetürk Çağdaş: Diş Hekimliğinde Y-TZP Altyapılar ve Zirkonyumun Diş Üstü Kron, İmplant Abutment, İmplant Üstü Kron Olarak Kullanımı, E.Ü. Diş Hekimliği Fakültesi, İZMİR 2013, 27-30.
- 34) Luthardt RG, Sandkuhl O, Reitz B: Zirconia-TZP and alumina-advanced technologies for the manufacturing of single crowns, Eur J Prosthodont Res Dent. 1999, 7, 113-119.
- 35) Palmer R: Zirconia What do we know, Dental Lab Products, 32(8), 2007, 18-22.
- 36) Abirami C, Thiyaneswaran: Zirconia in Dentistry, International Journal of Innovative Research and Development, 2014, 3, 110-11.
- 37) Luthardt R G, Mandy S, Rudolph H, Herold V, Walter M H: CAD/CAM-Machining Effects On Y-TZP Zirconia, Dental Materials, 2004, 20, 655-61.
- 38) Liao T W, Li K, Breder K: Flexural strength of ceramics ground under widely different conditions, Journal of Materials Processing Technology, 1997, 70, 198-99.
- 39) Ergün G, Ataoğlu A S: New approaches in ceramic repair systems, Cumhuriyet Dental Journal, 2015, 19, 95.
- 40) Zogheib L V, Bona A D, Kimpara E T, McCabe J F: Effect of Hydrofluoric Acid Etching Duration on the Roughness and Flexural Strength of a Lithium Disilicate-Based Glass Ceramic, Braz Dent, 2011, 22, 46-7.

- 41) Stawarczyk B, Hristova E, Sener B, Roos M, Edelhoff D, Keul C: Effect of Hydrofluoric Acid Etching Duration on Fracture Load and Surface Properties of Three CAD/CAM Glass-Ceramics, 2014, 13, 1134-35.
- 42) Ahmet KARATAŞ: İkili Seramik Malzemelerin Birlikte Presleme-Sinterleme, Mikroyapı Ve Mekanik Özelliklerinin Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, Celal Bayar Üniversitesi Makina Mühendisliği, MANİSA 2014, 25-8.
- 43) Kang S.-J. L: Sintering and Densification, Grain Growth and Microstructure, 1.ed. Oxford, 2005, 3-61.
- 44) Rahaman M. N: Ceramic Processing and Sintering, 2.ed. Rolla U.S.A., 2003, 425-466.
- 45) Yusuf Çelik: Bor Karbür'ün Spark Plazma Yöntemiyle Sinterlenmesi, Çeşitli Sinterleme Katkılarının Sinterleme Ve Malzeme Özelliklerine Etkileri, Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, İSTANBUL 2010, 12-28.
- 46) Ramazan Burak ACİCBE: ZrC-TiC Kompozitinin Spark Plazma Sinterleme (Sps) Yöntemi İle Üretimi Ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, İSTANBUL 2012, 10-9.
- 47) Çavdar U, Atik E: Geleneksel Ve Hızlı Sinterleme Yöntemleri, C B Ü Soma Meslek Yüksekokulu Teknik Bilimler Dergisi, 2011, 1, 2-8.
- 48) Kutbay U, Kuşkonmaz N: Mikrodalga Isıtmanın Seramik Üretiminde Kullanımı, Yıldız Teknik Üniversitesi Kimya-Metalurji Fakültesi, 2-10.
- 49) Yıldırım M P, Bayındır F: Protetik Diş Tedavisinde Hızlı Prototip Üretim Teknolojileri, Atatürk Üniv. Diş Hek. Fak. Dergisi, 2013, 23/3, 430-32.
- 50) Bayındır F, Uzun İ H: Tam Seramik Kron Sistemleri, Atatürk Üniv. Diş Hek. Fak. Dergisi, 2007, 33-9.
- 51) Korkmaz C: Tam Seramiklerin Dişhekimliğindeki Yeri, Atatürk Üniv. Diş Hek. Fak. Dergisi, 2013, 24/1, 136-39.
- 52) Daime CENGİZ: Farklı Yüzey İşlemlerinin Zirkonya-Veneer Seramiklerin Makaslama Bağlanma Dayanımına Etkisinin İncelenmesi, Doktora Tezi, Selçuk Üniversitesi Diş Hek. Fakültesi, KONYA 2013, 4-7.
- 53) Raghavan R N: Ceramics in Dentistry, Sintering of Ceramics, New Emerging Techniques, 2012, 17 (51), 978-953.
- 54) Hatice Defne BURDUROĞLU: Çeşitli Geçici Kron Materyallerinin Mekanik Ve Fiziksel Özelliklerinin İn-Vitro Karşılaştırılması, Doktora Tezi, Hacettepe Üniversitesi Diş Hek. Fakültesi, ANKARA 2015, 16-8.

- 55) Terim Kapakin K A: Scanning- Elektron Mikroskobu, YYÜ Vet Fak Dergisi, 2006, 17 (1-2), 55-8.
- 56) Tuğçe ARSLAN: X-Işınları Ve Kullanım Alanları, Doktora Tezi, G.Ü. Orta Öğretim Fen Ve Matematik Alanları Eğitimi Bölümü, ANKARA 2010, 10-2.
- 57) Betül DEMİREZEN: Polimerik Azometin Bileşikleri Ve Geçiş Metal Komplekslerinin XRF ve XRD İle İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, KAHRAMANMARAŞ 2014, 20-21.
- 58) Madfa A A, Al-Sanabani F A, Al-Qudami N H, Al-Sanabani J S, Amran A G: Use of Zirconia in Dentistry, The Open Biomaterials Journal, 2014, 5, 1-9 1.
- 59) Hjerppe J, Vallittu P K, Fröberg K, Lassila L V J: Effect of sintering time on biaxial strength of zirconium dioxide, Dental Materials, 2009, 25, 166–71.
- 60) Aydogdu H M, Çökük N, Sevimay M: The effects of sintering temperature and duration on the flexural strength and grain size of zirconia, Acta Biomater Odontol Scand, 2015, 1–8.
- 61) Stawarczyk B, Özcan M, Hallmann L, Ender A, Mehl A, Christoph H. F: The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio, Clin Oral Invest, 2013, 17, 269–74.
- 62) Ebeid K, Willea S, Hamdy A, Salah T, El-Etreby A, Kern M: Effect of changes in sintering parameters on monolithic translucent zirconia, Dental Materials, 2014, 30, 419-424.
- 63) Yenisey M, Dede D O, Rona N: Effect of surface treatments on the bond strength between resin cement and differently sintered zirconium-oxide ceramics, Journal of Prosthodontics Research, 2016, 60, 36-46.
- 64) Türker Akar: Zirkonya Ve Veneer Seramik Arasındaki Bağlantıya Farklı Fırınlama Uygulamalarının Etkisi, Doktora Tezi, Cumhuriyet Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, SİVAS 2014, 32-84.
- 65) Tinschert J, Natt G, Mohrbotter N: Lifetime Of Alumina And Zirconia Ceramics Used For Crown And Bridge Restorations, J Biomed Mater Res B Appl Biomater, 2007, 80, 317-21.
- 66) Sailer I, Lüthy H, Feher A: 3-Year Clinical Results Of Zirconia Posterior Fixed Partial Dentures Made By Direct Ceramic Machining (DCM), J Dent Res 2003, 74, 21.
- 67) Tinschert J, Natt G, Latzke P: Vollkeramische brücken aus DC-Zirkon-Ein klinisches konzept mit erfolg, Dtsch Zahnärztl, 2005, 60, 435.

- 68) Koçak, A: Cercon Zirkonya Sistemi İle Yapılan Posterior Sabit Protezlerin Uzun Dönem Klinik Bağarlarının İncelenmesi, Doktora Tezi, İstanbul 2006, 1-14.
- 69) Usumez A, Hamdemirci N, Koroglu B Y, Simsek İ, Parlar Ö, Sari T: Bond strength of resin cement to zirconia ceramic with different surface treatments, *Lasers Med Sci*, 2013, 28, 259–66.
- 70) A. Samran, M. AL-Afandi, J. Kadour, M. Kern: Abstracts of the Academy of Dental Materials Annual Meeting, Bologna, Italy, 2014, 8-11.
- 71) Eda DÖRTERLER: Zİrkonyum Oksİt Esaslı Seramik Sİstemlerİnde Lazerle Yapılan Pürüzlendirme Bağlantı Gücüne Etkisi, Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, ANKARA 2007, 20-96.
- 72) Bilal HOLOĞLU: Zirkonyum Oksit Esaslı Alt Yapılara Uygulanan Farklı Yüzey İşlemlerinin Değişik Üst Yapı Porselenlerinin Bağlanma Dayanımlarına Etkisinin İncelenmesi, Doktora Tezi, A Ü Sağlık Bilimleri Enstitüsü, ANKARA 2011, 50-107.
- 73) Akın H, Ozkurt Z, Kırmalı O, Kazazoglu E, Ozdemir A K: Shear Bond Strength of Resin Cement to Zirconia Ceramic After Aluminum Oxide Sandblasting and Various Laser Treatments, *Photomedicine and Laser Surgery*, 2011, 29(12), 797-802.
- 74) Tanış MÇ, Akçaboy C: Farklı Yüzey İşlemleri ve MDP Monomerin Zirkonya Seramiklerin Rezin Simantasyonuna Etkisinin İn Vitro İncelenmesi, *J Lasers Med*, 2015, 6, 174-81.
- 75) Ümit Güney: Sinterize öncesi ve sonrası zirkonyum oksit esaslı alt yapı üzerine uygulanan farklı yüzey işlemlerinin bükülme dayanıklılığına etkisinin araştırılması, Doktora Tezi, Cumhuriyet Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi, Sivas 2016, 85-88.
- 76) Kasraei S, Rezaei-Soufi L, Heidari B, Vafae F: Bond strength of resin cement to CO2 and Er:YAG lasertreated zirconia ceramic, *Restorative Dentistry and Endodontics*, 1-6.
- 77) Canneto JJ, Cattani-Lorante M, Durual S, Wskott AHW, Scherrer SS, 2015, Grinding Damage Assesment on Four High-strength Ceramics, *Dental J*. 32: 171-182
- 78)) İşeri U, Özkurt Z, Yalnız A, Kazazoğlu E, 2012, Comparision of different grinding procedures on the flexural strength of zirconia. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 107: 309-315
- 79) Ramos GF, Pereira GKR, Amaral M, Valandro LF, Bottino MA, 2015, Effect of grinding and heat treatment on the mechanical behavior of zirconia ceramic. *Original research Prosthesis*. 30:1-8.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı Soyadı : Mehmet Fehim ÇELENK

Doğum Yeri ve Tarihi : İSTANBUL, 05.01.1989

Medeni Hali : Bekar

Yabancı Dil : İngilizce

İletişim Adresi : Cumhuriyet Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi Ana Bilim Dalı, 58140-Sivas

E-posta Adresi : mehmetfehimecenk@hotmail.com

Eğitim ve Akademik Durumu

Lise : Nişantaşı Anadolu Lisesi, 2003-2007

Lisans-Yüksek Lisans : Marmara Üniversitesi, 2007-2013

Uzmanlık : Cumhuriyet Üniversitesi, 2014-2017