

TÜRKİYE CUMHURİYETİ
ANKARA ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**ZİRKONYUM ESASLI SERAMİKLERİN BAĞLANTI
DİRENÇLERİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ**

Demet EVLİ

**PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI
DOKTORA TEZİ**

**DANIŞMAN
Prof. Dr. A. Nehir ÖZDEN**

2008-ANKARA

Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü
Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı Doktora Programı çerçevesinde
yürütülmüş olan bu çalışma, aşağıdaki jüri tarafından
Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.
Tez Savunma Tarihi: 25/12/2008

Jüri Başkanı
Prof. Dr. Bengül YURDUKORU
Ankara Üniversitesi

Tez Danışmanı
Prof. Dr. A. Nehir ÖZDEN
Ankara Üniversitesi

Jüri
Prof. Dr. Sevil Meral ŞAHMALI
Hacettepe Üniversitesi

Jüri
Prof. Dr. Özgül KARACAER
Gazi Üniversitesi

Jüri
Prof. Dr. Funda AKALTAN
Ankara Üniversitesi

İÇİNDEKİLER

Kabul ve Onay	ii
İçindekiler	iii
Önsöz	v
Simgeler ve Kısaltmalar	vi
Şekiller	viii
Çizelgeler	x
1. GİRİŞ	1
1.1 Zirkonyum Oksitin Tarihçesi	2
1.2 Zirkonyum Oksitin Mikroyapısal Özellikleri	3
1.3 Faz Dönüşümünün Mekaniksel Özelliklere Etkileri	6
1.4 Zirkonyum Oksitin Diş Hekimliğinde Kullanımı	7
1.5.Y-TZP altyapıların tasarım ve üretimi	8
1.5.1.Lava	10
1.5.2.DCS Smartfit	11
1.5.3.Zirkonzahn	11
1.5.4.Cercon	11
1.6. Zirkonyum oksit altyapı ile üstyapı seramiklerinin bağlantı mekanizması	12
1.7.Yüzeyde faz dönüşümünü gerçekleştirici ve retansiyonu artırıcı işlemler	15
1.7.1.Kumlama	15
1.7.2. Aşındırma	16
1.7.3. Asit	18
1.7.4.Plazma Sprey	19
1.8. X ray difraksiyon spektrometesi	20
1.9.Zirkonyum oksit Sistemlerde Faz Analizi	22
1.10.Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)	23
1.11.Makaslama Bağlantı Kuvveti Testi	26
2.GEREÇ VE YÖNTEM	28
2.1.Araştırmada Kullanılan Materyaller	28

2.2.Örneklerin Hazırlanması	29
2.2.1.1 inci Grup(Lava 3M Espe)	29
2.2.2 inci.Grup (DCS Smartfit)	32
2.3.Yüzeyde Faz Dönüşümünü Gerçekleştirici İşlemler	33
2.3.1. Kumlama	33
2.3.2. Freze	34
2.3.3. Asit	34
2.3.4.Plazma Sprey	35
2.4.Yüzey Analizleri	35
2.4.1.XRD Analizi	35
2.4.2.Atomik Kuvvet Mikroskobu ile Yüzey Analizi	36
2.4.3.Profilometre ile Yüzey Analizi	37
2.5.Zirkonyum Oksit Disklerin Feldspatik Porselenle Kaplanması	38
2.6.Makaslama Bağlantı Gücü Deneyi	39
2.7. İstatistiksel Analiz	40
3.BULGULAR	42
3.1. XRD Bulguları	42
3.1.1. DC Zirkonyum oksit XRD Bulguları	42
3.1.2. YZ Zirkonyum oksit XRD Bulguları	45
3.2.Profilometre Bulguları	51
3.3.Bağlantı Gücü Bulguları	54
3.4. Bağlantı Direnci, Pürüzlülük Derecesi ve X-ray Ölçümleri Arasındaki İlişki	57
3.5. AFM Bulguları	58
3.5.1. DC Örneklerinde AFM Bulguları	59
3.5.2. YZ Örneklerinde AFM Bulguları	62
4.TARTIŞMA	67
5.SONUÇ VE ÖNERİLER	85
ÖZET	86
SUMMARY	87
KAYNAKLAR	88

ÖNSÖZ

Doktora eğitimim boyunca değerli bilgi ve tecrübelerinden faydalandığım, tezimin her aşamasında katkılarını bende esirgemeyen, her zaman ve her konuda yanımda olan sevgili hocam, Sayın Prof. Dr. A. Nehir Özden'e,

Doktora eğitimim süresince bana her zaman hoşgörü ile yaklaşan ve desteğini hep yanımda hissettiğim değerli hocam A.Ü., Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı Başkanı Sayın Prof. Dr. Bengül Yurdukoru'ya,

Doktora eğitimim süresince bilgilerini benimle paylaşan ve beni bugünlere taşıyan değerli hocalarıma,

Her koşulda birlikte çalışmaktan çok mutluluk duyduğum, çalışma ortamımızı sıcak hale getiren sevgili asistan arkadaşlarıma,

Çalışma örneklerinin temin edilmesindeki yardımlarından dolayı 3M ESPE çalışanlarına,

Çalışma örneklerinin tabakalanmasında teknik destek sağlayan Dilman Dental Laboratuvarı'na,

Araştırmada kullanılan materyallerin temin edilmesinde ve deneylerin gerçekleştirilmesinde maddi destek sağlayan Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dekanlığı'na,

X ray difraktometresi ölçümlerinin gerçekleştirilmesindeki yardımlarından dolayı ODTÜ Metalürji Mühendisliği Anabilim Dalı Başkan Yardımcısı Prof. Dr. Abdullah Öztürk'e,

Her zaman içten ve sevgi dolu dostluklarıyla yanımda olan, zorlukları aşmamı sağlayan sevgili arkadaşlarım Dt. Şehnaz Kazakoğlu, Dt. Gürcan Çetin, Dt. Orhan Kandemirsoy, Dt. Meryem Ateş, Dt. Yeliz Hayran ve Dt. Elçin Derelli'ye,

Desteğini, dostluğunu her zaman yanımda hissettiğim can dostum, meslektaşım Dr. Didem Atabek'e,

Hayatım boyunca hep yanımda olan, sonsuz sabır ve sevgileri ile beni kuşatan, destekleyen ve güç veren sevgili Anneme, Babama, Kardeşime ve Anneanneme,

Doktora eğitimim boyunca gösterdiği anlayış, sabır ve sonsuz destek için biricik eşim Bülent'e,

Hayatımıza yeni katılan, sıkıntılı anlarımda bana enerjisiyle mutluluk veren canım oğlum Can'a, içtenlikle teşekkür ederim.

SİMGELER ve KISALTMALAR

Å	Angstrom
AFM	Atomik kuvvet mikroskobu (Atomic force microscopy)
Al	Alumina
Al ₂ O ₃	Aluminyum oksit
HF	Hidroflorik asit
CAD	Bilgisayar destekli dizayn (Computer Aided Design)
CAM	Bilgisayar destekli üretim (Computer Aided Manufacturing)
CaO	Kalsiyum oksit
DC	% 5 mol içerikli Y-TZP
k	Kübik faz
m	Monoklinik faz
mm	Milimetre
µ	Mikron
µm	Mikrometre
Mpa	Megapaskal
nm	Nanometre
MgO	Magnezyum oksit
n	Örnekleme uzunluğu
Ra	Yüzey pürüzlülüğü
Rmax	Maksimum pürüzlük derinliği (Maximum roughness depth)
Rpm	Pürüzlülük derinliği (Roughness depth)
rpm	Dakikada devir sayısı (Round per minute)
SEM	Elektron tarama mikroskobu (Scanning electron microscopy)
t	Tetragonal faz
TZP	Tetragonal Zirkonyum Polikristalleri
θ	Teta

Y_2O_3	Yitriyum oksit
Y-TZP	Parsiyel yitriyum-stabilize tetragonal polikristalin zirkonyum
YZ	% 3 mol içerikli Y-TZP
ZrO_2	Zirkonyum oksit
XRD	X-Işını Difraksiyon Spektroskopisi (X ray diffraction)

ŞEKİLLER

- Şekil 1.1.** Örnek faz diyagramı
- Şekil1.2.** Atomik kuvvet mikroskopunun çalışma prensibi
- Şekil 1.3.** Makaslama bağlantı test yöntemi
- Şekil 2.1.** Üretici firmadan elde edilen hazır blok
- Şekil 2.2.** Bloğun kenarlarının micracut cihazı için hazırlanması
- Şekil 2.3.** Hazırlanmış blok
- Şekil 2.4.** Micracut cihazı
- Şekil 2.5.** 3M Lava bloklarının disk şeklinde kesilmesi
- Şekil 2.6.** Her bir bloktan hazırlanan 4 adet disk
- Şekil.2.7.** Zirkozahn freze cihazına yerleştirilmiş metal koping
- Şekil.2.8.** YZ örneklerin Zirkozahn sisteminde hazırlanışı
- Şekil 2.9.** YZ örneklerin son şeklini aldığı Zirkozahn sisteminden çıkarılışı
- Şekil 2.10.** Sinterlenmemiş YZ örnekler
- Şekil 2.11.** DC silindir blok
- Şekil 2.12.** Silindir bloktan örneklerin hazırlanması
- Şekil 2.13.** Araştırmada kullanılan tüm örnekler
- Şekil.2.14.** Freze işlemi için kullanılan frezler
- Şekil.2.15.** Aşındırma işlemi
- Şekil.2.16.** Heraeus kumlama cihazı
- Şekil 2.17.** Asit solüsyonunda bekletilen örnek
- Şekil 2.18.** Plazma sprey cihazı
- Şekil.2.19.** X Ray Difraktometresi
- Şekil.2.20.** Solver Pro Atomik Kuvvet Mikroskobu
- Şekil 2.21.** Solver Pro Atomik Kuvvet Mikroskopunun ölçüm bölümü
- Şekil.2.22.** Perthometer M2 profilometre cihazı
- Şekil.2.23.** Tabakalama işlemi için hazırlanan pirinç tutucu
- Şekil.2.24.** Üstyapı porseleni yığılmış örnekler
- Şekil.2.25.** Üstyapı porseleni yığılmış örnekler
- Şekil.2.26.** Örneklerin metal plakaya yerleştirilmesi

- Şekil.2.26.** Lloyd kırma cihazı
- Şekil.2.27.** Lloyd kırma cihazı
- Şekil 3.1.** DC kontrol grubu örneklerin XRD verileri
- Şekil 3.2.** DC kumlanmış örneklerin XRD verileri
- Şekil 3.3.** DC freze örneklerin XRD verileri
- Şekil 3.4.** DC asit örneklerin XRD verileri
- Şekil 3.5.** DC plazma örneklerin XRD verileri
- Şekil.3.6.** YZ kontrol örneklerin XRD verileri
- Şekil.3.7.** YZ kumlama örneklerin XRD verileri
- Şekil.3.8.** YZ freze örneklerin XRD verileri
- Şekil.3.9.** YZ asit örneklerin XRD verileri
- Şekil.3.10.** YZ plazma örneklerin XRD verileri
- Şekil 3.11.** X-Ray ölçümleri üzerinde materyal ve yöntemlerin birlikte etkilerinin Dağılımı
- Şekil 3.12** Pürüzlülük derecesi üzerinde materyal ve yöntemlerin birlikte etkilerinin dağılımı
- Şekil 3.13** Bağlantı direnci üzerinde materyal ve yöntemlerin birlikte etkilerinin Dağılımı
- Şekil 3.14** DC zirkonyum oksit kontrol örneğin AFM görüntüsü
- Şekil 3.15** DC zirkonyum oksit kumlama örneğin AFM görüntüsü
- Şekil 3.16** DC zirkonyum oksit freze örneğin AFM görüntüsü
- Şekil 3.17** DC zirkonyum oksit asit örneğin AFM görüntüsü
- Şekil 3.18** DC zirkonyum oksit plazma örneğin AFM görüntüsü
- Şekil 3.19** YZ zirkonyum oksit kontrol örneğin AFM görüntüsü
- Şekil 3.20** YZ zirkonyum oksit kumlama örneğin AFM görüntüsü
- Şekil 3.21** YZ zirkonyum oksit freze örneğin AFM görüntüsü
- Şekil 3.22** YZ zirkonyum oksit asit örneğin AFM görüntüsü
- Şekil 3.23** YZ zirkonyum oksit plazma örneğin AFM görüntüsü

ÇİZELGELER

Çizelge 1.1 Çeşitli porselenlerin bükülme dirençleri, kırılma dirençleri ve sertlik değerleri

Çizelge.1.2. Çeşitli üretici firmalara ait zirkonyum ürünler

Çizelge.2.1. Araştırmada kullanılan materyal ve cihazlar

Çizelge 2.2. Örneklerle uygulanan işlemler

Çizelge.2.3. Seramik pişirme ısıları

Çizelge 3.1. XRD ile elde edilen verilere göre hesaplanan DC örneklerin monoklinik faz yüzdeleri

Çizelge 3.2. XRD ile elde edilen verilere göre hesaplanan YZ örneklerin monoklinik faz yüzdeleri

Çizelge 3.3. X-Ray ölçümleri üzerinde materyal ve yöntemlerin birlikte etkilerinin dağılımı

Çizelge 3.4. Profilometre sonuçları

Çizelge 3.5. Pürüzlülük derecesi üzerinde materyal ve yöntemlerin birlikte etkilerinin dağılımı

Çizelge 3.6. Bağlantı direnci üzerinde materyal ve yöntemlerin birlikte etkilerinin dağılımı

Çizelge 3.7. Bağlantı direnci ile pürüzlülük derecesi arasındaki ilişki ve anlamlılık düzeyi

Çizelge 3.8. Bağlantı direnci ile faz dönüşümü arasındaki ilişki ve anlamlılık düzeyi

1.GİRİŞ

Diş hekimliği bilimi, her zaman 'doğal' görünümlü, aynı zamanda uzun ömürlü olan restorasyonları geliştirmek üzere yoğun çaba göstermektedir. Geçmişte uygun dental materyallerin olmayışı bunu imkansız hale getirmekteyken, son yıllarda porselen materyalinde yaşanan gelişmeler uzun ömürlü restorasyonların ve estetik yönden daha kaliteli sonuçların elde edilebildiği çeşitli tedavi seçenekleri sunmaktadır (Trinkner, 2000, Fischer, 1997).

Porselen materyalinin geliştirilmesiyle en çok ilgiyi yapısal özellikleri nedeniyle metal destekli porselen uygulamaları görmüştür. Yıllar içerisinde bu sistemin sadece posterior bölgelerde değil, estetiğin büyük önem taşıdığı anterior bölge restorasyonları için de uygun bir tedavi seçeneği olduğu düşünülmüştür (McLean, 1980). Fakat, metal altyapının ışık geçirgenliğinin yetersiz olması ve estetik sakıncalar nedeniyle anterior bölgede metal destekli porselen restorasyonların kullanımı tatmin edici sonuçlar vermemiştir. Tam seramik restorasyonların kullanılmaya başlanması ile estetiğin ön planda olduğu bölgelerde yaşanan sıkıntılar aşılmıştır (Rosenstiel, 2006).

Metal-seramik restorasyonlarla karşılaştırıldığında, tam seramik restorasyonlar gelişmiş ışık geçirgenliklerine bağlı olarak yüksek estetik potansiyele sahiptirler (Bernandini ve ark., 1994). Ayrıca mükemmel biyoyumlulukları, korozyona dirençli yapıları, düşük plak tutunumları, düşük ısı ve elektrik iletkenliğine sahip olmaları tam seramik restorasyonları ideal dental materyal yapmaktadır (Hobo ve Shillingburg, 1973).

Yüksek alümine içerikli cam infiltre altyapı materyalleri (In-ceram Alumina) ve lityum disilikat cam seramikler (Empress 2) anterior sabit bölümlü protezler ve 1. premolarları içine alan 3 üyeli köprüler için kullanılabilirler. Fakat, mevcut seramiklerin hiçbiri posterior sabit köprü yapımı için uygun

değildir (Luthardt ve ark., 2004). Bu problem, zirkonyum oksit esaslı seramiklerin kullanımıyla çözülmeye çalışılmaktadır.

Zirkonyum oksit (zirkonya) seramikler, materyal özelliklerinden dolayı pek çok kısıtlamayı aşabilmekte, günümüzde yüksek dayanıklılık ve biyouyumluluk özellikleri sayesinde ideal dental materyal olarak kabul edilmektedirler. Zirkonyum oksit seramiklerin kullanılmaya başlanmasıyla birlikte, çok üniteli posterior sabit protezler tam seramik sistemlerin endikasyonları içine katılabilir hale gelmiştir (Luthardt ve ark., 2004).

Fakat tabakalanmış zirkonya restorasyonların uzun dönemli başarılarının zayıf üstyapı porselenine bağlı olduğu düşünülmektedir (Guess, 2008). Zirkonya restorasyonlarda en sık karşılaşılan başarısızlık sebepleri, üstyapı seramiğindeki minör kırıklar ve üstyapı seramiğinin zirkonya seramiğinden ayrılmaları olarak bildirilmiştir (Sailer, 2006). Kısa ve orta dönemli invivo çalışmalarda zirkonyum oksit altyapı seramiklerinde kırılma bildirilmemiştir (Steyern, 2005, Raigrodski, 2006). Zirkonya seramiklerle ilgili uzun dönemli çalışmalar henüz yayınlanmamıştır.

Gerçekleştirilen çalışmanın amacı, farklı yüzey işlemlerinin altyapı materyali ile üstyapı seramiği arasındaki bağlantı direncine etkilerini gözlemlemek, bu işlemler sonucu oluşan monoklinik faz miktarı ve yüzey pürüzlülüğünü tespit etmek, ortaya çıkan değerlerin bağlantı direncine etkilerini ortaya koymaktır.

1.1.Zirkonyum Oksitin Tarihçesi

Zirkonyum oksit, Alman kimyager Martin Heinrich Klaproth tarafından, 1789'da oksit üretmek için, zirkon taşlarını alkaliler ile reaksiyona soktuğu çalışmadan sonra keşfedilmiş ve Arapça'da altın renkli anlamında gelen 'Zargün' (Zargon- Farsça'da Zar altın Gun renk anlamında gelmektedir) olarak adlandırılmıştır (Piconi ve Maccauro, 1999).

Metal olarak zirkon telsiz lambalarında, elektrotlarda, aydınlatma fişeklerinde, kesici aletlerin yapımında ve çelik endüstrisinde kullanılmaktadır. Aşınma direnci, yüksek erime noktası ve az da olsa ağır nötronları absorbe edebilme kabiliyeti nedeniyle zirkonya, nükleer reaktör tasarımlarında aranılan bir materyal durumundadır (Ak, 2005). İyi kimyasal ve boyutsal stabilitesi, mekanik direnci, sertliği ve paslanmaz çelik alaşımlarına benzer Young modülü sebebiyle 1960'lı yılların sonlarında biyomateryal olarak kullanımı gündeme gelmiştir.

Zirkonyum oksit seramikler, gelişmelerinin ilk yıllarında zirkonyum oksit-kalsiyum oksit, zirkonyum oksit- magnezyum oksit (ZrO_2-MgO , ZrO_2-CaO) gibi katı çözeltiler halinde biyomedikal kullanımlar için test edilmiştir. Bunu takip eden yıllarda çalışmalar daha çok 'Tetragonal Zirkonyum Polikristalleri' (TZP) olarak bilinen ince grenli yapı ile karakterize zirkonyum-yitrium seramiklerin üzerinde yoğunlaşmıştır (Piconi ve Maccauro, 1999).

Zirkonya, 20 yıl önce ortopedide alüminanın kırılma problemi çözmek ve implantların potansiyel başarısızlıklarını ortadan kaldırmak amacı ile implant materyali olarak kullanılmıştır. Diş hekimliğinde, hayvanlar üzerinde yapılan çalışmalar sonucunda implant materyali olarak kullanılabilirliği kanıtlanmıştır (Kohal ve ark., 2002, Kohal ve Klaus, 2004, Rimondini ve ark., 2002). Son yıllarda ise genel olarak prefabrike kanal postlar, ortodontik braketler, implant destekleri ve sabit restorasyonların altyapılarının oluşturulmasında kullanılmaktadır (Kern, Wegner, 1998).

1.2. Zirkonyum Oksitin Mikro yapısal Özellikleri

Yitrium-stabilize tetragonal polikristalin zirkonyum (Y-TZP), son derece stabil, sert ve dental restorasyonların hazırlanması için mükemmel bir materyal seçeneğidir (Wüstefeld, 2004). Materyalin dayanıklılık ve sertlik mekanizması şu şekilde açıklanmaktadır: Saf zirkonyum 3 temel fazda bulunur:

- 1) Kübik faz (k): Yüksek derecelerde (2370° ve üstü) stabildir.
- 2) Tetragonal faz (t): 1170° ve 2370° arasında stabildir.
- 3) Monoklinik faz (m): Oda sıcaklığında stabildir (Blue, 2003).

Sinterleme işlemi sonrası soğuyan zirkonyum oksitte %3-5'lik hacim artışıyla sonuçlanan faz dönüşümü meydana gelmektedir (tetragonal → monoklinik), (Juy ve ark., 2007). Kontrolsüz gerçekleşen faz dönüşümü materyalin soğuması sırasında ufak parçalara ayrılmasına neden olduğundan istenmeyen bir durumdur. Bunu önlemek amacıyla zirkonyuma yttrium oksit (Y_2O_3) eklenmiş ve zirkonyumun sinterleme sonrası oda sıcaklığında tetragonal fazda stabil kalması sağlanarak, faz dönüşümüne uğraması engellenmiştir (Kelly, 2004, Zivko-Babic ve ark., 2005).

Y-TZP sadece soğuma sırasında değil; çarpma, bileme gibi işlemler sırasında da hacim artışıyla meydana gelen faz dönüşümüne uğramaktadır (tetragonal → monoklinik). Materyalin işlenmesi sırasında meydana gelen bu hacim artışı sinterleme sonucu oluşan hacim artışının aksine çatlak oluşumuna karşı koyduğu için faydalı bir durumdur. İşte bu mekanizmaya 'dönüşüm sertleşmesi' veya 'martensitic dönüşüm' adı verilmektedir (Luthart ve ark., 1999). Diğer dental materyallerde bulunmayan bu özellik, sinterlenmiş YTZP'nin 900 MPa bükülme direncine sahip olmasını sağlar (Çizelge 1.1).

Materyal	Bükülme Direnci (MPa)	Kırılma Direnci (MPa m^{1/2})	Sertlik (Gpa)
Empress 1	106	1.2	6.5
Empress 2	306	2.9	5.3
Inceram Alumina	440	3.6	11
In ceram Zirkonya	476	4.9	11
%3 mol içerikli Y-TZP (YZ)	680	5.5	13
%5 mol içerikli Y-TZP (DC)	840	7.4	12

Çizelge 1.1 Çeşitli porselenlerin bükülme dirençleri, kırılma dirençleri ve sertlik değerleri(Guazzato ve ark., 2004)

Ortalama % 2–3 mol Y_2O_3 içeren TZP materyalleri, nanometre büyüklüğünde yüzlerce tetragonal grenlerden oluşmaktadır. Oda sıcaklığında bulunan tetragonal faz miktarı; bileşiğin gren büyüklüğü, yitrium içeriği ve matriks tarafından üzerine uygulanan gerilimlerin derecesiyle ilişkilidir. TZP seramiklerin mekaniksel özellikleri bu parametrelere bağlıdır (Piconi ve Maccauro, 1999).

Scott tarafından yayınlanan faz diyagramında % 3 mol yitrium içeren Y-TZP'nin (YZ) bir miktar kübik zirkonya içerdiği belirtilmektedir. Chevalier ve arkadaşları (2004) biyomedikal uygulamalarda kullanılan YZ'de kübik zirkonyanın varlığının istenmediğini ve yitrium stabilize edici iyonların uygunsuz dağılımına neden olduğunu göstermişlerdir. Bu durumda kübik grenler yitriumla zenginleşirken tetragonal grenler yitriumla desteklenmez ve zirkonyanın daha az stabil bir yapıya sahip olmasına sebep olurlar (Denry ve Kelly, 2008).

Tetragonal grenlerin kararlı doğasını değerlendirmek çok önemlidir. Faz dönüşümünün (tetragonal→monoklinik) kendiliğinden gerçekleştiği kritik gren boyutu mevcuttur ve bu boyut bileşiğin içerdiği yitrium yoğunluğuyla

bağlantılıdır. Çok küçük gren boyutlarında transformasyon engellenmektedir. (Theunissen ve ark., 1992).

Zirkonyum oksit seramiklerin faz dönüşümünün ilginç bir özelliği de yüzeylerinde oluşan sıkıştırılmış tabakadır. Yüzeydeki tetragonal grenler matriks tarafından sıkıştırılmazlar ve kendiliğinden veya aşındırma işlemleriyle oluşan baskı kuvvetleriyle monoklinik faza dönüşebilirler. Yüzeydeki faz dönüşümü ve sonuçta gerçekleşen yüzey sertliği zirkonyum oksidin mekaniksel özelliklerinin geliştirilmesinde önemli bir rol oynamaktadır (Piconi ve Maccauro, 1999).

1.3.Faz Dönüşümünün Mekaniksel Özelliklere Etkileri

Zirkonyum oksit seramiklerin mekaniksel özellikleri, ince grenli ve kararlı yapılarıyla ilişkilidir (Ardlin, 2001). Kritik bir partikül büyüklüğünün üstünde Y-TZP daha az stabil ve kendiliğinden meydana gelen faz dönüşümüne daha hassas olurken, küçük partikül büyüklüklerinde ($\sim 1\mu\text{m}$) daha az faz dönüşümü gerçekleşmektedir. Belirli bir boyutun altında ($\sim 0,2\mu\text{m}$) faz dönüşümü gerçekleşmemekte ve bu durum kırılma direncinin azalmasına neden olmaktadır (Denry ve Kelly, 2008). Faz dönüşüm miktarını etkileyen diğer faktörler; yükleme miktarı, sıcaklık, yaşlandırma için kullanılan kimyasalın uygulanma süresi, yitrium yoğunluğudur (Piconi ve Maccauro, 1999, Ardlin, 2001).

Yükleme işlemleri sonucu gelişen faz dönüşümü materyal yüzeyinde çatlak oluşumuna karşı koyarken yüksek miktarlarda gerçekleşen faz dönüşümleri seramiğin direncini azaltmaktadır (Ardlin, 2001, Rühle, 1986). Kendiliğinden gelişen tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşüm, 'yaşlanma' ya yani zirkonyum oksidin mekaniksel özelliklerinin zayıflamasına sebep olmaktadır. Swab 1991 yılında yayınladığı makalesinde yaşlanmanın temel basamaklarını şu şekilde özetlemiştir:

- 1) En kritik derece aralığı 200–300°C' dir.
- 2) Materyalin yaşlanması dayanıklılık, sertlik ve yoğunluğun azalması ve monoklinik faz miktarının artmasında etkilidir.
- 3) Faz dönüşümü (t→m) sonucunda materyalde mikro ve makro kırıklar oluşmaktadır, bu durum mekaniksel özelliklerin zayıflamasına sebep olmaktadır.
- 4) Faz dönüşümü (t→m) yüzeyden başlamakta ve materyalin bütününe doğru devam etmektedir.
- 5) Gren boyutundaki azalma ve stabilizan oksitin yoğunluğundaki artış faz dönüşüm oranını azaltır.
- 6) Faz dönüşümü (t→m) suda veya buharda artmaktadır (Swab, 1991).

1.4.Zirkonyum Oksitin Diş Hekimliğinde Kullanımı

Zirkonyum oksit seramikler günümüzde restoratif diş hekimliğine tanıtılan en son materyallerden biri olmuştur. Faz dönüşümü mekanizması özelliğine bağlı olarak materyalin kazandığı mekanik dayanıklılık, biyouyumluluk ve kırılma direnci gibi karakteristik özellikler zirkonyum oksiti diğer restoratif materyallerden ayırmaktadır.

Çalışmalar sonucunda Y-TZP ile üretilen tam seramik restorasyonların anterior ve posterior bölgelerde aşağıdaki uygulamalara izin verdiği açıklanmıştır:

- 1) Tek kronlar
- 2) 3 üyeli sabit bölümlü protezler
- 3) 4 üyeli sabit bölümlü protezler
- 4) Uzunluğu en fazla 38 mm'ye ulaşan köprüler (Cercon)

Zirkonyum oksit kron ve köprülerin simantasyonunda sanıldığıının aksine diğer seramik restorasyonlarda olduğu gibi adeziv simantasyon şart değildir.

Bu işlem için çinko fosfat, cam iyonomer gibi geleneksel simanlar kullanılabilir. Bununla birlikte resin esaslı yapıştırma materyalleri retansiyon problemi olan kısa dayanak dişler gibi bazı klinik durumlarda önemli avantajlar sağlamaktadır (Blatz ve ark. 2003).

Dental uygulamalarda kullanılan 3 çeşit zirkonyum oksit içeren seramik sistemi mevcuttur. Bunlar; In-Ceram zirkonya (IZ), %3 mol yitrium içeren zirkonya (YZ) ve % 5 mol yitrium içeren zirkonyadır (DC). In- Ceram zirkonya, zirkonya ile sertleştirilmiş aluminadır. Pörözitesi diğer zirkonyalardan daha fazladır. Bu durum IZ'nin mekanik özelliklerinin diğer zirkonyalardan daha düşük olması sebebiyle açıklanmaktadır. DC, sıcak basınçta tamamen sinterlenmiş 5% mol Y_2O_3 tetragonal polikristalin zirkonyadır (TZP). Alt yapı, özel olarak tasarlanmış 'Bilgisayar destekli dizayn/ Bilgisayar destekli üretim' (CAD/CAM) sistemiyle kuru basınçlı blokların işlenmesi sonucu oluşturulmaktadır. 3 % mol Y_2O_3 TZP (YZ) ise kısmi sinterlenmiş bir bloğun işlenmesi ve yaklaşık 1400°C'de tam yoğunluğunda sinterlenmesi esasına dayanmaktadır. YZ ve DC, gren boyutları 0,21 ve 0,28 μm olan çok ince bir mikro yapıya sahiptirler. Mikroskobik düzeyde bu iki materyal arasında göze çarpan farklılıklar tespit edilmiştir. DC, porları 0,3 μm den daha küçük çaplı, küresel şekle sahip yoğun bir materyaldir. YZ ise boyutları 5 μm çaplı, daha yoğun pöröziteye sahip porlardan oluşmaktadır (Tinscher ve ark., 2001).

1.5.Y-TZP Altyapıların Tasarım ve Üretimi:

Zirkonyum oksit seramiklerin işlenmesi, sahip oldukları faz dönüşümü mekanizmaları sonucu kazandıkları sertlikleri nedeniyle diğer seramiklerden çok daha zordur. Sabit protezde pratik olarak kullanılması CAD/CAM sistemleriyle mümkün olmuştur (Luthardt, 2004).

Bütün dental CAD/CAM sistemleri 3 bölümden oluşmaktadır:

- 1)Veri toplama ünitesi
- 2)Restorasyon tasarımı
- 3)Restorasyon fabrikasyonu

Bu sistemle optik tarayıcılardan veya gezinen hassas uçlardan elde edilen veriler doğrultusunda bilgisayar yazılımları kullanılarak üç boyutlu dijital tasarımlar oluşturulmaktadır. Bu bilgiler prefabrike bloklardan hassas porselen restorasyonlar üretmek üzere sistemle bağlantılı işleme makinelerine aktarılmaktadır (Kesim, 1996). CAD/CAM teknolojisinin kullanımında en önemli avantaj; bu yolla üretilen, oda sıcaklığında işlenen seramik materyalinin daha homojen yapı sergilemesi, kusur ve çatlakları minimuma indirgemesidir. Bu nedenle, tam seramik restorasyonların CAD/CAM sistemleriyle üretilmesi dental restorasyonların fabrikasyonu için alternatif bir teknik olarak görülmektedir.

Zirkonyum oksit seramikler, sinterlenmiş yoğun matriks formu oluşumu sonucunda yüksek dayanıklılığa sahip olmaktadır. Öte yandan zirkonyanın yüksek erime ısı ve sinterleme işlemi sırasında oluşan % 20-25'lik büzülme miktarı yoğun sinterlenmiş altyapı oluşturulmasını zorlaştırmaktadır. Yoğun sinterlenmiş altyapının oluşturulması için 2 farklı yöntem mevcuttur (Sadan, 2005).

1- Altyapı, tam sinterlenmiş Y-TZP blokların frezlenerek şekillendirilmesiyle elde edilir. Zirkonya frezleme işleminden önce sinterlendiği için işlem esnasında büzülme oluşmamaktadır. Sinterlenmiş yitrium ile stabilize edilen zirkonyum oksitin sahip olduğu yüksek sertlik değerleri frezleme işlemini zaman alıcı bir işlem haline dönüştürmektedir.

2- Altyapı, kısmen sinterlenmiş yumuşak Y-TZP blokların frezlenerek şekillendirilmesiyle elde edilir. İşlenmiş yapı yüksek derecelerde fırınlanarak sinterleme işlemi tamamlanır. Altyapının freze edilmesi sırasında boyutları % 20-25 oranında arttırılır ve sinterleme işleminde oluşacak büzülme telafi

edilir. Tam sinterlenmiş bloğa göre altyapının şekillendirilmesi daha hızlı olmakta ve kesici aletin yıpranma miktarı azalmaktadır (Filser, 2001).

Günümüzde firmalar bahsedilen 2 yöntemden herhangi birini kullanarak zirkonya alt yapılardan kron ve köprüler üretmektedirler (Çizelge 1. 2)

ÜRÜN	ÜRETİCİ
Lava TM Frame	3M Espe
DC-Zirkon	DCS
Cercon Base	Degudent
Procera Zirconia	Nobel Biocare
Kavo Everest BIO ZS-Blank	KaVo
Xawes G 100	Xawes
VITA In-Ceram 2000 YZ CUBES	Vita
Zirkoniumdioxid-Digizon	Digident
Denzir	CAD esthetics
Diadem	Diatomic
ZirKon	Cynovad

Çizelge 1.2. Çeşitli üretici firmalara ait zirkonyum oksit ürünler

1.5.1.Lava (3M ESPE,N,USA)

Lava sistemi, daha önceden preslenmiş yarı sinterlenmiş zirkonyum oksit blokları, özel zirkonyum oksit üst yapı seramiği, mölleme cihazı, optik okuyucu, sinterleme fırını ve CAD software ile bağlantılı bir bilgisayar sisteminden oluşmaktadır (Suttor, 2004). Yarı sinterlenmiş Y-TZP'den meydana gelen Lava blokların sinterlenme büzülmesinin kompanze edilebilmesi amacıyla altyapı % 20 oranında büyük hazırlanır. Dizayını tamamlanmış bloklar frezlenmekte ve istenilen boyut, şekil elde edilebilmesi için sinterlenmektedir. Sistemde alt yapıyı boyayan sekiz renk bulunmaktadır (Piwowraczyk ve ark.,2005).

1.5.2.DCS Smartfit (DCS Dental AG, Vita, Esprident, Germany)

Sistem lazer tarayıcı ve frezleme cihazından oluşmakta, bilgisayar yazılım programı ile otomatik olarak altyapı tasarımı yapılmaktadır. Sistemde, öncelikle alçı model elde edilmektedir. Teknisyen tarafından mum modelasyon hazırlanmasına gerek yoktur. Lazer okuyucular ile daylı model hazırlanır. Veriler bilgisayara aktarılır, bilgisayar tarafından tasarlanır ve tam sinterlenmiş bloklar möllenir. Mölleme sırasında kron kalınlığı ve siman aralığı da göz önünde bulundurulur. DC Zirkon kronların, bilgisayar yardımı ile taranması ve yapımı yaklaşık olarak 3.5 saat sürmektedir. Özel preperasyon gerektirmezler. Kenar uyumları oldukça iyidir (Luthardt ve ark.,1999).

1.5.3.Zirkonzahn (Steger, Brunneck, Italy)

Zirkonzahn, zirkonyum oksit blokların üretiminde kullanılan manuel bir cihazdır. Anahtar kopyalanmasında kullanılan cihazlara benzer bir mantıkla çalışmaktadır. Hasta ağzında provası yapılmış maketler manuel olarak taranarak, fabrikasyon olarak hazırlanmış zirkonyum oksit bloklar aşındırılır. Zirkonyum oksit kronlar fırında sinterlenme büzülmesi hesaplanarak orijinal boyutundan % 22 oranında büyük hazırlanır. Yüksek direncin gerekli olduğu bölgelerde, uzun köprü protezlerin yapımında kullanılmaktadırlar.

1.5.4.Cercon (degussa Dental, Hanau, Germany)

Cercon, Degussa tarafından Cercon Smart Ceramics ismi ile üretilen zirkonyum oksit esaslı bir tam seramiktir. Cercon Smart sisteminde diğer sistemlerden farklı olarak bilgisayar destekli tasarım yapılmaz. Dış teknisyenin hazırlamış olduğu mum modelaj esas alınarak CAM sistemiyle altyapı hazırlanmaktadır (Völkl, 2001). Cercon sisteminde, zirkonyum oksit

bloklar sistemin temelini oluşturur. Zirkonya altyapılar % 3 mol yitrium içeren Cercon zirkonya bloklar kullanılarak Cercon-Smart seramik sisteminde işlenir. Hazırlanan model zirkonyumun büzülme miktarı hesaplanarak % 22 oranında büyük hazırlanmıştır. 1350 °C de 2 saat boyunca özel sinterleme işlemi yapılır. Bu işlem sırasında altyapı orjinal boyutlara geri döner. Porselen kaplanan yüzeylerine aluminyum oksit kuşlanması yapılmaktadır. Koping daha sonra Cercon Ceram S üstyapı seramiği ile kaplanmaktadır (Yılmaz ve ark., 2007).

1.6.Zirkonyum Oksit Altyapı ile Üstyapı Seramiklerinin Bağlantı Mekanizması

Gelişmiş mekaniksel özelliklerine rağmen zirkonyum oksit altyapılar doğal diş görünümü kadar saydam değildir (White ve ark., 2005). Estetik görünümün geliştirilmesi, kişisel optik özelliklerin kazandırılması amacıyla Y-TZP seramikler işlenmiş altyapılarla uyumlu seramik materyallerle kaplanmaktadır (Sundh ve ark., 2005).

Zirkonyum oksit altyapılar için kullanılan dental porselenlerin termal genişleme katsayısı ($9.1-9.7 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) zirkonyum oksit seramiklerin termal genişleme katsayısından ($10.8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) daha düşüktür ve metal destekli porselen sistemlerindeki benzer şekilde az miktardaki sıkışmayla daha zayıf üstyapı porseleni zirkonyum oksit porselenine bağlanmaktadır (Kler ve ark., 2006, Luthart ve ark., 1999).

Zirkonyum oksit esaslı restorasyonlarda en zayıf bölgenin altyapı ile üstyapı porselenleri arasındaki bağlantı bölgesi olduğu ve uzun dönem klinik başarıda önemli rol oynadığı belirtilmektedir (Guazzato, 2004). Üstyapı materyalinde kırılmaların önlenmesi için iki porselen arasındaki bağlanma direncinin yüksek veya üstyapı materyalinin çiğneme streslerine yeterli derecede dayanıklı olması gerekmektedir (Aboushelib ve ark., 2005). Altyapı

materyaliyle üstyapı porseleni arasındaki bağlantı direncini etkileyen faktörler şunlardır:

- 1) Mekaniksel retansiyonu etkileyen altyapının yüzey bitimi,
- 2) Uygunsuz termal büzülme katsayısının sebep olduğu reziduel stresler,
- 3) Altyapı ile üstyapı ara yüzde yapısal kusur ve çatlakların varlığı,
- 4) Altyapı ile üstyapı bağlantı bölgesinde, zirkonyum oksit kristallerinin ısı etkilerine veya stres yüklemelerine bağlı olarak faz dönüşümü gerçekleştirmesi,
- 5) Üstyapı seramiğinin ıslatma özellikleri,
- 6) Üstyapı seramiğinin hacimsel büzülmesi (Aboushelib ve ark., 2006).

Bu tip faktörler altyapı materyaliyle üstyapı porseleni arasındaki bağlantı direncinde ve dolayısıyla restorasyonun başarısında önemli rol oynamaktadır. Bugüne kadar yapılan çalışmalar, zirkonyum oksit seramiklerde görülen başarısızlığın nedenlerinden biri olarak altyapı ile üstyapı porselenlerinin bağlantı yetersizliği gösterilmektedir (Koçak, 2006, White, 2005, Guazzato, 2004). Yüzey işlemleri sırasında oluşan monoklinik fazın ara yüzeyde mikro çatlaklara sebep olduğu ayrıca faz dönüşümü sonucu meydana gelen sıkıştırıcı yüzey tabakasının bağlantıya olumsuz etkileri olduğu düşünülmektedir (Guazzato, 2004).

Seramik ve metalik materyallerin kırılma mekanizmaları birbirlerine benzemeyen yapılarından ve bağlanma mekanizmalarından dolayı farklılık göstermektedir. Seramikteki kovalent ve iyonik bağlar geniş interatomik kuvvetlere bağlıdır ve bu yüzden plastik deformasyona metallere göre daha fazla dirençlidir. Dış yükler plastik akıcılığın neden olduğu gevşeme yerine, çatlama noktasında stres yoğunlaşması oluşturacaktır. Dental seramik restorasyonlarda oluşan stres bölgeleri birçok faktöre bağlıdır. Bunlar:

- 1) Seramik katmanın kalınlığı,
- 2) Her bir seramiğin mekaniksel özellikleri,
- 3) Altyapı materyalinin elastik modülü,
- 4) Uygulanan yüklerin yönü, sıklığı, büyüklüğü,
- 5) Okluzal kontakt alanlarının genişliği ve lokalizasyonu,
- 6) Üretim sırasında oluşan reziduel stresler,
- 7) Siman ve restorasyon arasındaki defektler,
- 8) Çevresel faktörlerdir (Al-Dohan ve ark.,2004).

Altyapı porseleni ile üstyapı porseleni arasındaki stres bölgelerinin azaltılması ve ideal restorasyonun oluşturulabilmesi için altyapının hazırlanması sırasında dikkat edilmesi gereken faktörler şu şekilde özetlenmektedir.

- 1)Altyapının minimal kalınlık değerlerine uyulmalıdır.
- 2)Marjinal kenarlar kontrol edilmeli, gerekli ise düzeltmeler yapılmalıdır.
- 3)Sinterleme işleminden sonra altyapı separasyon diskleri ile separe edilmemeli, restorasyonun dayanıklılığını olumsuz etkileyecek kırığa uygun ortam oluşturulmamalıdır.
- 4)Tabakalama işlemine başlamadan önce altyapı su ve buhar ile temizlenmeli ve kurutulmalıdır.
- 5)Altyapı kir ve yağlardan arındırıldıktan sonra herhangi bir temastan kaçınılmalıdır (Ivoclar,2007).

Hazırlık işlemleri tamamlandıktan sonra altyapının renklendirilmesi amacıyla özel astar maddesi kullanılabilir. Bu materyal, zirkonya ile üst yapı porselenin bağlantı direncini güçlendirmemekte fakat kırılmanın tipini etkilemektedir (Aboushelib ve ark., 2006).

Günümüzde üstyapı porseleninin işlenmesinde iki farklı teknik uygulanmaktadır. Bunlardan birincisi tabakalama tekniği, diğeri ise presleme tekniğidir. Presleme ve tabakalama metodunun beraber kullanıldığı

restorasyonlarda güçlenmiş bağlanma özellikleriyle mükemmel estetiğin elde edildiği gösterilmiştir (Aboushelib ve ark., 2006).

1.7.Yüzeyde Faz Dönüşümünü Gerçekleştirici ve Retansiyonu Artırıcı İşlemler

1.7.1.Kumlama

Kumlama; materyallerin yüzeylerinin temizlenmesi, mikroretantif yapıların ve yüzey alanlarının artırılması için kullanılan bir işlemdir (Kern ve Thompson, 1993). Bu amaçla genellikle 50–250 µm'lik alumina (Al) tozları kullanılmaktadır. 4–6 atmosfer basınçlı kumlama cihazlarında gerçekleştirilen bu işlemin sonucunda mekanik retansiyon için çentikler oluşturulmaktadır (Yavuzılmaz,1996). Bununla birlikte restorasyon yüzeyi ile rezin arasında adeziv bağlantı sağlayan tekniklerin çoğunda bağlantı dayanıklılığını arttırmak için yüzeyin kumlanması tavsiye edilmektedir (Kern ve Thompson, 1993). Zirkonyum oksit seramiklerin kumlanması sonucunda yüzeyde belirgin pürüzlülük meydana gelmekte fakat metal yüzeylerinin kumlanması ile kıyaslandığında daha az miktarda girinti çıkıntılara rastlanmaktadır (Kern ve Wegner, 1998).

İç yüzeyin kumlanması tam seramik restorasyonlarda çoğunlukla uygulanan bir yöntemdir. Böylece pürüzlendirilmiş yüzey rezin siman ile güçlü bir mekanik bağ sağlamaktadır (Zhang Yu ve ark., 2004). Kosmac ve arkadaşları (1999) zirkonyum oksit yüzeylerin direncini arttırmak için kumlama işlemini önermişlerdir. Kumlama, tetragonal fazdan monoklinik faz dönüşümüne, işlem sonucu oluşan mikroçatlaklar Al tozlarından etkilenmiş tabakada sıkıştırıcı streslerin oluşumuna sebep olmaktadır. İşlem sırasında meydana gelen yüzey kusurlarının uzunluğu sıkıştırıcı yüzey tabakasının

kalınlıđını gememekte ve bu durum materyalin direncini artırmaktadır (Kosmac ve ark., 2000).

Kumlama iřlemi ile ilgili arařtırmalarda sadece kumun tane byklđ deđil, basın, kumlama yođunluđu ve sresi gibi kumlama cihazına ait deđiřkenlerin de belirlenmesi gerekmektedir (Piwowarczyk ve ark.,2004, Wolfart ve ark.,2007)

1.7.2. Ařındırma

Tam seramiklerin altyapısının iřlenmesi ve uyumlandırılması sırasında teknisyen, hasta zerinde kontroller sırasında ise diř hekimi tarafından ařındırma sıklıkla uygulanmaktadır. Giordano ve arkadaşları (1995) yaptıkları bir alıřmada ařındırmanın feldspatik porselenlerde 30–40 mikron derinliđinde atlaklara ve % 80'e varan diren azalmasına sebep olduđu gstermiřlerdir. Bunun yanı sıra faz dnřmne uđrayan zirkonyum oksit seramiklerde ařındırma iřlemi dayanıklılıđı arttırmaktadır (Swain, 1989).

Ařındırma diskindeki elmas grenlerin etkisi diskte bulunan grenlerin sayısıyla iliřkilendirilmiřtir. Her bir entik, hacmi kadar materyali uzaklařtırırken iřinsal sıkıřtırıcı stres oluřturmaktadır. Bu stresler yzeyin altında birkaç mikron derinliđinde gerilim oluřtururken daha derine indike sıfıra yaklařmaktadır. te yandan yzeye yakın blgelerdeki sıkıřtırıcı stresler, materyalin bklme direncini artırmaktadır.

Ařındırmanın seramiđin direncine olan etkisi řu faktrlere bađlıdır:

- 1) Seramiđin ierik ve mikroyapısı,
- 2) Rezidel stresler,
- 3) atlak uzunluđunun yzeydeki sıkıřtırıcı tabanın derinliđine oranı,
- 4) Gren boyutunun byklđ,

- 5) Daha önce var olan yüzey çatlakların büyüklüğü,
- 6) Aşındırmanın yönü.

Birçok seramik materyali sinterlendikten sonra istenilen şekil ve büyüklüğün verilebilmesi amacıyla bitirme işlemi olarak aşındırmaya tabi tutulmaktadır. Zirkonyum oksit seramiklerin aşındırılması faz dönüşümünün basit ve kolayca gerçekleşmesini sağlayan bir yöntemdir. Yüzeydeki tetragonal grenlerin faz dönüşümünü gerçekleştiren aşındırma işlemi, zirkonyum oksit seramiklerin güçlenmesini sağlamaktadır (Swian, 1989). Zirkonyum oksit seramiklerin aşındırılması bükülme direncini artıran sıkıştırıcı streslerin oluşumuna sebep olmaktadır. Başka bir ifadeyle zirkonyanın direnç mekanizması asıl olarak t→m faz dönüşümüyle ilişkilendirilmekte ve seramik yüzeyinde büyük miktarlarda monoklinik faz tespit edildiğinde daha büyük bükülme direnç varlığı umulmaktadır (Green, 1983).

Araştırmacılar tarafından Al kuşlama veya freze uygulamaları gibi yüzey modifikasyon teknikleriyle ilgili yapılan rutin çalışmalarda, Y-TZP' nin mekaniksel özelliklerinde artışa sebep olan yüzey sıkıştırıcı stresler gözlemlenmiştir (Green, 1983, Kosmac ve ark., 1999, Gupta, 1980). Tam seramik restorasyonlarda Al kuşlama mikro mekaniksel retansiyonda artışa sebep olurken bükülme direncinde, test yöntemindeki farklılıklara bağlı olarak artış ya da azalma meydana geldiğine dair çeşitli çalışmalar yayınlamıştır (Kosmac ve ark., 1999, Guazzato, 2005). Benzer şekilde, zirkonyum oksit esaslı restorasyonlarda küçük grenli elmas frezlerle yapılan aşındırmalar sonucunda gelişmiş bükülme direnci elde edilirken, kalın grenli frezlerle (150 µm gren boyutuna sahip elmas frez) yapılan aşındırmalar sonucunda bükülme direncinde azalma gözlemlenmiştir (Curtis ve ark., 2006). Yapılan çalışmalar sonucunda (Kosmac 2008, Curtis, 2006) aşırı ısınmanın eşlik ettiği aşındırma işlemlerinde tersine faz dönüşümü meydana geldiği ve zirkonyum oksit seramiğin direncinde azalmaya neden olduğu bildirilmiştir.

Yukarıdaki açıklamalar ışığında aşındırma işleminin zirkonyum oksit seramiklerde 2 farklı etkisinin olabileceğini söyleyebiliriz:

- 1) Zirkonyum oksit seramiklerin yüzeyinde oluşan sıkıştırıcı kuvvetler ortalama bükülme direncini artırmaktadır.
- 2) Stres yoğunlaşmasına neden olan derin yüzey kusurlarına sebep olmaktadır. Bu çatlakların uzunluğu aşındırmayla oluşan yüzey sıkıştırıcı tabakayı geçiyor ise direnç belirleyici olabilmektedir (Luthardt, 2004).

Aşındırma sırasında materyalde meydana gelen deformasyonlar sonucunda grenler içerisinde yer değiştirmeler meydana gelmektedir. Aşındırmadan sonra grenlerde oluşan yer değiştirmeler sebebiyle faz dönüşümü eksikliğinde bile sıkıştırıcı streslerin varlığı tespit edilebilmektedir (Swain, 1989).

1.7.3.Asit

Geleneksel silika içerikli dental seramiklerin kimyasal olarak asitle pürüzlendirilmesi ilk defa 1983 yılında yayınlanmıştır (Simonsen ve Calamia, 1983). Bundan sonra tam seramik restorasyonlar için birçok asit tavsiye edilmiştir. Günümüzde % 2.5 den % 10' a kadar değişen oranlarda hidroflorik asidin (HF) 2–3 dakika uygulanması en başarılı yüzey pürüzlülüğünü sağlamaktadır. Pürüzlülüğün başarısında önemli olan faktör, seramiğin içerisindeki lösit kristallerinin sayısı, büyüklüğü ve dağılımıdır. HF asit uygulamaları IPS-Empress gibi cam içerikli seramiklerde başarılı olmaktadır. Fakat yoğun kristal yapıdaki zirkonya seramikler üzerinde pürüzlendirici etkisi bulunmamaktadır (Blatz ve ark., 2003).

Yapılan çalışmalarda zirkonyum oksitle güçlendirilmiş seramiklerin mekaniksel özelliklerinin araştırılması ve simanın bağlanma direncinin geliştirilmesi üzerinde durulmuştur (Blatz ve ark., 2003, Kern ve ark., 1998,

Derand ve Derand, 2000). Blatz ve arkadaşları (2003), geleneksel asit uygulamalarının zirkonyum oksit seramiklerin siman bağlantı direncinde olumlu etkisinin olmadığını göstermişlerdir. Aynı şekilde Zarone F. ve arkadaşları (2006) % 40 HF asidi 2 dakika boyunca feldspatik, alüminyum ve zirkonyum oksit seramiklere uyguladıkları bir çalışmada, HF asidin alüminyum ve zirkonyum oksit seramiklerin yüzey yapısında ve pürüzlülüğünde herhangi bir etkiye sahip olmadığını belirtmişlerdir. Fakat Kosmac ve arkadaşları (2000) Y-TZP seramikleri % 4 'lük asidik asit solüsyonunda 16 saat beklettikleri bir çalışmanın sonucunda önemli miktarda tetragonal zirkonyumun monoklinik zirkonyuma dönüştüğünü bildirmişlerdir.

1.7.4.Plazma Sprey

Plazma; iyonlar, elektronlar ve atomlardan oluşan kısmi bir gazdır. Plazma sprej işlemi, gazın kontrollü ve nitel biçimde iyonize edilmesi için vakum altında gerçekleştirilir. Gazın plazmaya iyonize edilmesi için kilohertz (bir saniyede bin titreşimi olan elektromanyetik dalga boyu ölçüsü birimi) , 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. Derand ve arkadaşlarının (2005) zirkonyum oksit seramiklerin farklı tekniklerle yüzey işlemlerinin resin simanın bağlantı direncine etkilerini inceledikleri çalışmalarında plazma sprej uygulanan örneklerde yüksek bağlantı direnci rapor edilmiştir (Derand ve ark., 2005).

1.8.X Ray Difraksiyon Spektrometesi

X-Ray Diffraction (XRD) olarak bilinen X-Işını Difraksiyon Spektroskopisi X ışını denilen ultraviyole ışıandan daha kuvvetli fakat gamma ışınından daha zayıf enerjili ışın kullanarak yapılan analizi temel almaktadır.

Bir atoma X-ışınları çarptığı zaman sahip olduğu elektron sayısına ve atom numarasına bağlı miktarda, her atom yeni bir dalga oluşturacak şekilde X-ışını dağılmaktadır. Dağıtılan radyasyonun yoğunluğu çarpma açısına göre değişmektedir. Dalgaların uyumlu bir şekilde birleşmesi 'kırınım' olarak adlandırılmaktadır.

Kırınım teorisi, Bragg kanunu ile gelişmiştir. Kristal yapıdaki her atom dizisi X-ışınlarını Bragg kanununa uygun olacak açılarda yansıtır. Yansıma açıları kristal örgünün çapına bağlıyken, yansıma yoğunlukları örneğin şekliyle kontrol edilmektedir.

Bragg Eşitliği: X-ışını dalga boyu ve kristal atomları arasındaki mesafe bilindiği zaman X-ışınlarının kristal tarafından hangi açılarda yansıtılacağını göstermektedir (Buerger, 1958).

X-ışını Kırınımı Prensipleri: Kırınımın yoğunluğu, birim hücre içinde atomik konumlara, X-ışını demetinin dalga boyuna, kristali oluşturan atomların özelliğine bağlıdır. Örgü kusurları, atomların ideal periyodik dizilimlerinde farklılıklara neden olmaktadır. Bu yüzden bir kristalin örgü kusuru olan bölgesi, ideal bölgede elde edilenden farklı bir kırınım yoğunluğu verecektir. X-ışını kırınımı metodu sadece kristallerin atomik yapısını belirlemez, ideal düzenden sapmaları da ortaya çıkarmaktadır. Bu teknikte kristal yapıdaki yüzey hataları ve çizgi hataları da saptanabilmektedir (Lal, 1982).

X-ışını kırınımı yöntemiyle materyal hem saf halde hem de bir karışımın içinde kolayca saptanır, kristal yapı hakkında bilgi elde edilir. Aynı bileşenlerde farklı fazlar meydana geldiğinde bunlar XRD ile ayırt edilebilir.

XRD ile şu bilgiler elde edilebilir:

- 1) Materyalin faz bileşenleri
- 2) Kristal yapıda birim hücredeki atomların dağılımı
- 3) Birim hücrede atomların denge pozisyonları ve atomik yer değişimi içeren doğru yapısal ayrıntılar
- 4) İncelenen örneğin birçok mikroskobik yapısal özellikleri

XRD'nin avantajları:

- 1) Materyallerin içeriğinin kısa bir sürede saptanması
- 2) Örneklerin kolay hazırlanması
- 3) Bilgisayar destekli materyal tanımlaması
- 4) Bilinen kristal yapılarından oluşan geniş veri dosyası

Elde edilen sonuçlar, materyallerin kristal yapıları ve özellikleri arasındaki ilişkiyi açıklamak için kullanılmaktadır (Pecharsky ve ark., 2005). Örnekteki bir kristal fazın varlığı spesifik bir yoğunlukta ve konumda, Bragg pikleri olarak gösterilmektedir.

Birim hücrede atomların koordinatları veya kristal örgüde farklı alanların popülasyonu gibi atomik parametreler değiştirildiği zaman, bu değişim Bragg piklerinin yoğunluk ve konumlarını bu yeni faza uygun olarak etkilemektedir. Değişimler mikroskobik olduğunda, tane boyutu belli bir limitin altına indirildiğinde veya materyal gerildiğinde veya deforme olduğunda, yoğunluk ve konumlara ek olarak Bragg piklerinin şekilleri de etkilenmektedir.

Her kristalin bileşik, faz saptamasında kendine ait parmak izine sahip gibidir. Çünkü her kristal yapı X-ışınlarını farklı açılarda ve şiddetle kırıldığı için çok hassas biçimde analiz edilebilir (Lal, 1982).

1.9.Zirkonyum Oksit Sistemlerde Faz Analizi

Monoklinik, tetragonal, kübik polimorfları içeren ZrO₂ sistemlerin nicel analizi, m→t dönüşümüyle ilgili yapılan çalışmalarda önem taşımaktadır. İki fazın yansımalarının şiddet oranları X-ray difraktometresiyle yapılan nicel analizlerde kullanılmaktadır (Toraya ve ark., 1984).

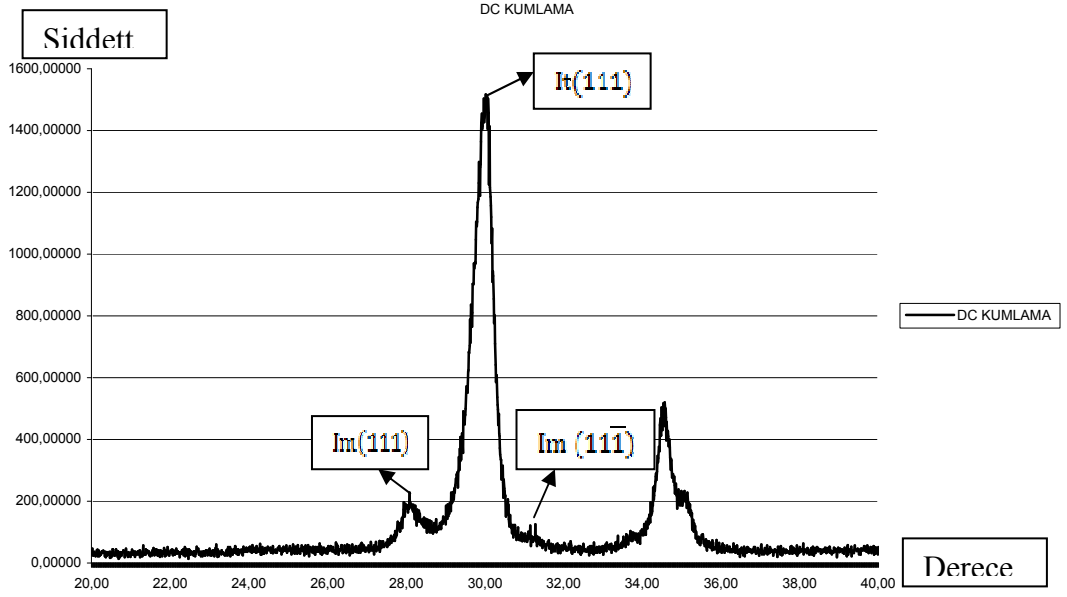
Zirkonyum oksit seramiklerde bulunan serbest ZrO₂ yoğunluğu dikkatlice kontrol edilmesi gereken çok önemli bir değişkendir ve faz miktarı X ray difraktometresiyle ölçülebilmektedir. Zirkonyum oksit seramiklerde bulunan serbest ZrO₂ içeriğinin tespiti için X ray difraktometre teknikleri ile doğrusal kalibrasyon eğrileri geliştirilmiştir. Faz analizinin tespitinde iki yöntem üzerinde çalışılmıştır. Bunlardan birincisi matriks metodu, diğeri ise polimorf metodudur.

Matriks metodunda serbest ZrO₂ 'in bir matriks içinde dağıldığı, monoklinik ve kübik fazlarının hemen hemen eşit kütle absorpsiyon katsayılarına sahip olduğu düşünülmektedir.

Polimorf metodta kübik faz ZrO₂'in polimorfu olarak düşünülmektedir. Bu yöntem matriks metodundan daha hassas sonuçlar vermektedir. Polimorf metodta tetragonal şiddet, monoklinik şiddetlerinin toplamına eşittir. Örnekteki monoklinik materyal bölümleri şu şekilde hesaplanmaktadır (Garvie ve Nicholson, 1972):

$$X_m = \frac{I_m(111) + I_m(1\bar{1}\bar{1})}{I_m(111) + I_m(1\bar{1}\bar{1}) + I_t(111)}$$

Formüldeki değerler XRD verilerindeki tetragonal ve monoklinik faz tepe noktalarını gösteren değerlerdir. 2θ , 20–40 ° aralığında, tetragonal fazın tepe noktaları 30,01; 34,5; 35,2 ° 'de, monoklinik fazın tepe noktaları 28,07° ve 31,2° 'de oluşmaktadır. Aşağıdaki örnek faz diyagramında bu tepe noktaları gösterilmiştir (Şekil 1.1).



Şekil 1.1. Örnek faz diyagramı

1.10. Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)

Atomik kuvvet mikroskobu, materyallerin yüzey özelliklerini angstrom (Å) mertebesinde 100 mikrona (μ) kadar görüntüleyebilen yeni kuşak mikroskoptur. Mikroskop olarak en önemli avantajı, özel hazırlama işlemi gerektirmeden örneklerin doğrudan ve hemen hemen her ortamda görüntülenebilmesidir. AFM, malzemelerin yüzey özelliklerini nanometre (nm) boyutlarında inceleyebilmektedir.

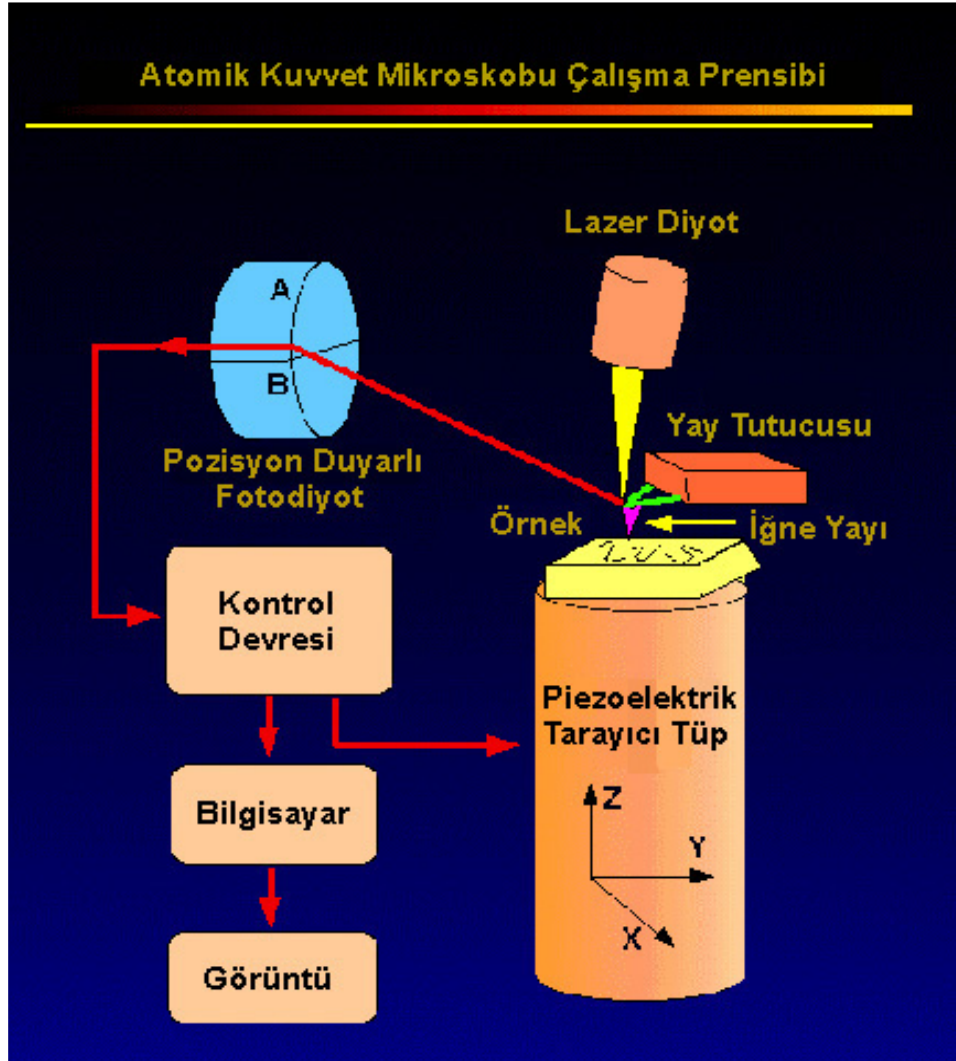
AFM, hassas bir iğnenin yüzeyi taramasıyla, materyalin yüksek çözünürlüklü 3 boyutlu görüntüsünü vermektedir. En önemli özelliklerinden biri araştırılan örneğin iletken olma koşulunun olmamasıdır. Örnek hazırlama ve kullanım

kolaylığı ve kapladığı hacim ile SEM' e alternatif bir mikroskopik tekniktir. AFM cihazıyla hava, sıvı, vakum ortamlarında görüntüleme yapabilmektedir.

AFM, özellikle gıda, çevre ve tıp teknolojileri başta olmak üzere elektronik, telekomünikasyon, biyomedikal, kimyasal, otomotiv, uzay-havacılık ve enerji gibi alanları etkileyen hemen hemen tüm teknolojilerde gittikçe yaygınlaşan geniş uygulama alanına sahiptir ve malzeme problemlerini çözmek amacıyla kullanılmaktadır. İncelenen malzemeler, ince ve kalın film kaplamaları, seramikler, alaşımlar, camlar, sentetik ve biyolojik membranlar, metaller, polimerler ve yarı iletkenleri içermektedir (Çınar M.O.,2005).

AFM temel olarak kontrol devresi, piezoelektrik tarayıcı tüp, bilgisayar ünitesi ve maniveladan oluşmaktadır. Keskin bir uca sahip olan manivela örnek yüzeyini taramak için kullanılmaktadır. Manivelanın 3 boyutlu hareketini silikon ya da silikon nitritten yapılan ve bir eğimin yarıçapı şeklinde olan piezoelektrik tarayıcı tüp sağlamaktadır (Li,1997).

Örnek ile iğne arasındaki kuvvet etkileşimi sonucu kaldıraç mekanizması nm ölçeğinde hareket eder. Bu hareketten faydalanılarak bilgisayar ortamına aktarılan veriler, yazılım aracılığıyla derlenerek ya örneğin görüntüsü elde edilir ya da iğne ve örnek arası etkileşimler ölçülür (Blanchard, 1996).



Şekil 1.2. Atomik kuvvet mikroskobunun çalışma prensibi

AFM ile inceleme sırasında, sonda ucu ve örnek yüzeyi üzerine nano-newton mertebesinde bir kuvvet uygulamaktadır. Uçun, örnek yüzeyine yaklaştırılmasıyla, önce moleküller arasındaki etkileşim kuvvetleri olan Van der Waals, sonra uçun yüzeye daha da yaklaştırılmasıyla, uç ve örnek yüzeydeki atomların orbitallerindeki elektronların neden olduğu atomik kuvvetler devreye girmektedir (Yıldız, 2003). AFM'nin çalışma prensibi şekil 1.2'de gösterilmiştir.

1.11.Makaslama Bağlantı Kuvveti Testi

Dayanıklılık, dental restorasyonların klinik başarısını etkileyen önemli bir faktördür. Kırılgan yapılarından dolayı seramiklerin dayanıklılık testlerinin yapılması çok önemlidir. Bir seramik restorasyonun dayanıklılığının ağız içinde veya laboratuvar şartlarında test edilmesi deneysel şartların neden olduğu zorluklardan dolayı, güçtür (Lang ve ark., 2001).

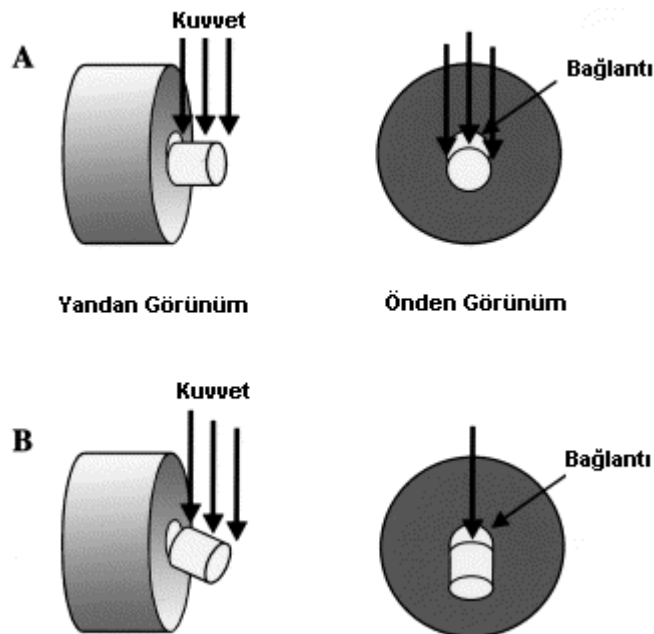
Bugüne kadar materyallerle ilgili çalışmalarda genellikle klinik başarıyı etkileyecek mekaniksel laboratuvar testleri üzerinde durulmuştur. Farklı tam seramik sistemlerde altyapı materyali ile üstyapı porseleni arasındaki bağlantı direncinin araştırılmasında kullanılan en temel testlerden biri makaslama bağlantı kuvveti testidir (Aboushelib ve ark., 2006). Makaslama bağlantı kuvveti testi, bir adesiv yardımı ile birbirine bağlanan iki materyalin arasındaki ayrılma gerçekleşene kadar makaslama kuvvetinin uygulanması şeklinde tanımlanır. Oldukça basit, uygulaması kolay ve hızlı sonuç alınabilen bir testtir. Öte yandan adesiv materyallerin klinik performansının tespit edilmesi için in vitro metodun kullanımındaki bazı kritik durumların dikkate alınması gereklidir.

Bir in vitro test olan makaslama bağlantı testin 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 (Al-Dohan ve ark., 2004). Makaslama bağlantı testinde kullanılan diğer bir parametre, yükün uygulanma hızıdır. Kırılgan materyallerde yük uygulama hızı elastik materyallere uygulanandan düşük olmalıdır. Bağlantı testlerinde yük uygulama hızı genellikle 0.5 mm/ dakika olarak tercih edilmektedir(Üşümez, 2001) .

Bağlantı direnci, uygulanan yükün birim alana bölünmesi ile pound/inch², kg/cm², N/mm² (Megapaskal, MPa) olarak ifade edilebilir.

Materyallerin bağlanma dayanımları makaslama bağlantı testi ile test edilirken sabit medyuma gömülmüş örneğe bir uç vasıtasıyla kuvvet uygulanır ve örneğin koptuğu yük tespit edilir. Kuvvetin uygulandığı çeşitli uçlar mevcuttur; keski yada dikdörtgen şeklinde olabilir. Makaslama bağlantı testi yapılacağı zaman örneğe yüzeyden ayırıcı kuvvet uygulayan keski şeklindeki uç kullanılmalıdır (Uludamar, 2007).

Makaslama testi sırasında örneklere uygulanan işlemler şekil 1.3 de sırasıyla özetlenmiştir. Şekil 1.3 A da uygulanan stres en son makaslama direncini aşmıştır ve üstyapı porseleni yüklemenin yapıldığı yönde bir bütün halinde uzaklaşmıştır. Bu tip durumda ayrılma makaslama kuvveti tarafından gerçekleşmiştir. Şekil 1.3 B iki materyal arasındaki bağlantı yükten daha güçlüdür ve makaslama kuvvetine karşı koyar. Bu örnekte uygulanan gerilim kuvveti kuvvete karşı koyan en son gerilim kuvvetini aşmıştır, üstyapı porseleni dönerek hareket etmiş ve ayrılma cohasive ve adhesive in kombinasyonu şeklinde gerçekleşmiştir (Al-Dohan ve ark., 2004).



Şekil 1.3. Makaslama bağlantı test yöntemi

2.GEREÇ VE YÖNTEM

Bu çalışmada DC ve YZ zirkonyum oksit seramiklerin farklı yüzey işlemleri ve sinterlenmeleriyle gerçekleşen faz dönüşüm miktarının tespiti ve bu miktarın altyapı ile üstyapı porselenleri arasındaki bağlantı direncine etkileri araştırıldı.

Araştırma, Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi, Porselen Araştırma Laboratuvarı, Ankara Üniversitesi, Fizik Mühendisliği Bölümü, AFM Laboratuvarı, ODTÜ Metalürji Mühendisliği Bölümü XRD Laboratuvarı ve Hacettepe Üniversitesi Kimya Mühendisliği'nde gerçekleştirildi.

2.1.Araştırmada Kullanılan Materyaller

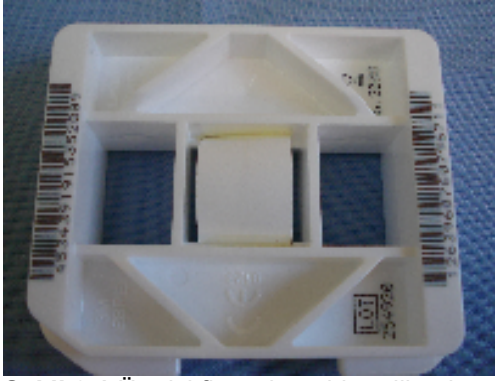
Araştırmada kullanılan materyal ve cihazlar Çizelge 2.1' de gösterilmiştir.

Materyel ve Cihazlar	Üretici Firmaları
LAVA	3M/ESPE, Seefeld, Germany
DC-Zirkon	Smartfit Austenal, Chicago, Illinois
Lava ^{TM*} Ceram	D A2, 3M ESPE, Germany
Elmas Frez	ISO 806314111534014, 837 LG 014, Meisinger, Almanya
Zirkonzahn Freze Cihazı	Zirkograph 025, Gais, South Tirol
Lava Sinterleme Fırını	3M/ESPE Lava Therm Furnace, Seefeld, Germany
Atomik Kuvvet Mikroskobu	Solver PRO
X Ray Difraktometresi	PO#=#BD54-0005 Model:D/MAX2200/PC
Mikrocut	Buehler Lake Bluff, IL, USA
Lloyd Kirma Cihazı	Fareham, UK
Heraeus Kuşlama Cihazı	Combilabor CL-FSG3
Perthometer M2	MAHR Gmbh, Göttingen, Germany
Meliodent Akril	Heraeus Kulzer, Hanau, Germany

Çizelge 2.1. Araştırmada kullanılan materyal ve cihazlar

2.2.Örneklerin Hazırlanması

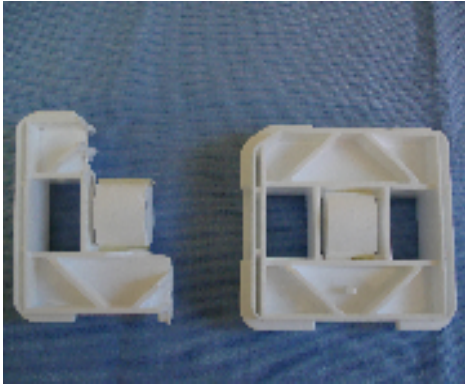
2.2.1. 1 inci Grup (Lava 3M Espe) : Üretici firma tarafından yarı sinterlenmiş, kullanıma hazır zirkonyum oksit bloklar temin edildi (Şekil 2.1). Micracut cihazında işleme tabi tutulabilmesi için hazır blokların silindir bloğu tutan plastik kenarları kesildi (Şekil 2.2,2.3,2.4).



Şekil 2.1.Üretici firmadan elde edilen hazır blok



Şekil 2.2.Bloğun kenarlarının micracut cihazı için hazırlanması

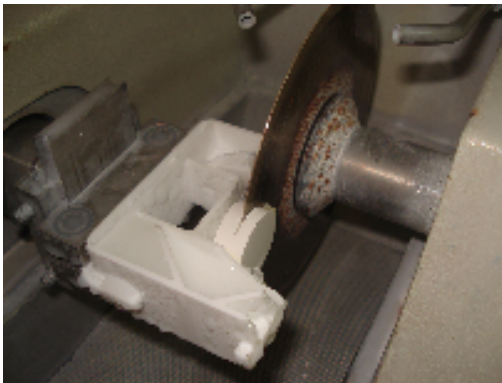


Şekil 2.3.Hazırlanmış blok

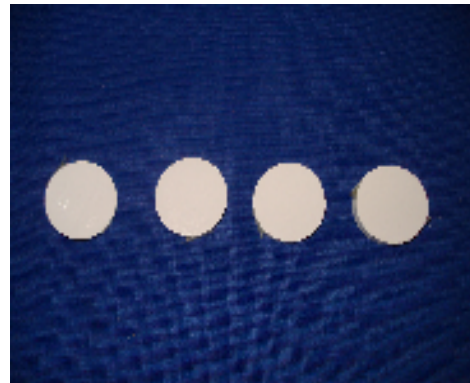


Şekil 2.4.Micracut cihazı

Micracut cihazında her bir blok 4 eşit parçalara ayrıldı (Şekil 2.5,2.6).



Şekil 2.5.3M Lava bloklarının disk şeklinde kesilmesi



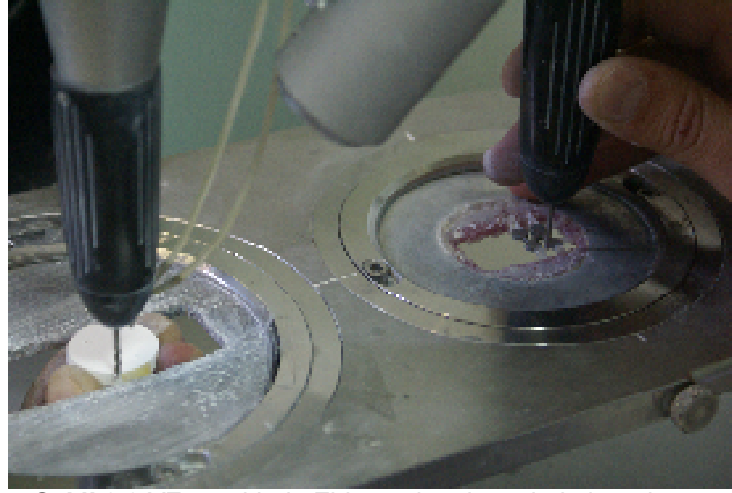
Şekil 2.6.Her bir bloktan hazırlanan 4 adet disk

Elde edilen parçaların her birinden 4 küçük örnek hazırlandı. Bu işlem için Zirkozahn firmasının freze cihazı kullanıldı.

Zirkonzahn sisteminin prensibine uygun olarak hazırlamak istediğimiz örneklerin boyutlarında (5mm çapında, 1,5mm kalınlığında) döküm yoluyla metal koping hazırlandı (Şekil 2.7). Cihazın tarama bölümüne metal koping, freze bölümüne daha önce micracut cihazında hazırlanmış zirkonyum oksit blok yerleştirildi(Şekil. 2.8.).



Şekil.2.7. Zirkonzahn freze cihazına yerleştirilmiş metal koping



Şekil.2.8. YZ örneklerin Zirkonzahn sisteminde hazırlanışı

Freze işlemi tamamlandıktan sonra örnekler metal kopingin dublikatı ve istenilen boyutun % 22 oranında büyük olarak elde edildi (Şekil 2.9.). Örneklerin etrafındaki çapaklar temizlendikten sonra üretici firmanın önerilerine uygun olarak 3M Lava Therm fırınında 11 saat boyunca 1500 °C' de fırınlandı. 5 mm çapında, 1.5 mm kalınlığında 50 adet örnek hazırlandı.



Şekil 2.9. YZ örneklerin son şeklini aldığı Zirkozahn sisteminden çıkarılışı



Şekil 2.10. Sinterlenmemiş YZ örnekler

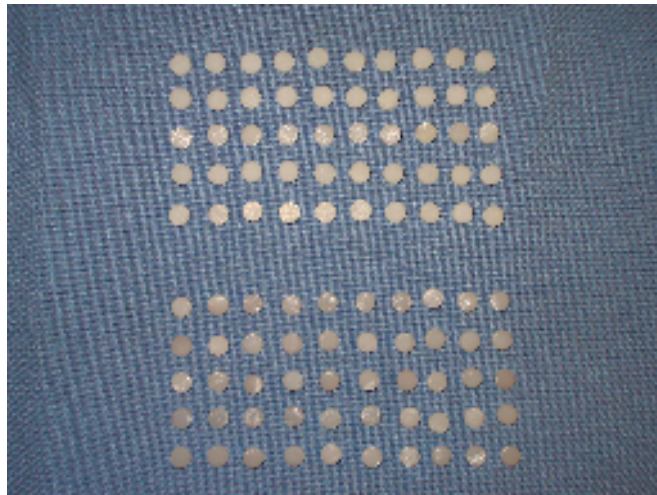
2.2.2. 2 inci grup (DCS Smartfit) : Bu gruptaki örnekler üretici firmanın tam sinterlenmiş 5 mm çapındaki silindir bloğu 1.5 mm eşit kalınlıklara bölmeleri ile elde edildi. 5mm çapında, 1.5 mm kalınlığında 50 adet DC örnek hazırlandı (Şekil 2.11, 2.12).



Şekil 2.11. DC silindir blok



Şekil 2.12. Silindir bloktan örneklerin hazırlanması



Şekil 2.13. Araştırmada kullanılan tüm örnekler

2.3.Yüzeyde Faz Dönüşümünü Gerçekleştirici İşlemler:

Her gruptan 50 adet örnek elde edildi (YZ, DC). Gruplar kendi içlerinde 10'arlı 5 alt gruplara ayrıldı. Her alt gruptaki örneklerin yüzeyleri farklı yüzey işlemlerine tabi tutuldu. Örneklerin yüzeylerine uygulanan faz dönüşümünü ve tutuculuğu artırıcı işlemler çizelge 2.2 'de özetlenmiştir.

Grup	Materyal	Örnek Sayısı
Kontrol	YZ	10
Kum	YZ	10
Freze	YZ	10
Asit	YZ	10
Plazma	YZ	10
Kontrol	DC	10
Kum	DC	10
Freze	DC	10
Asit	DC	10
Plazma	DC	10

Çizelge 2.2. Örneklerle uygulanan işlemler

2.3.1.Kumlama: Kumlama işlemi için örnekler 5 mm çapında uca sahip kumlama cihazına 2 cm uzaklıkta olacak şekilde sabitlendi. Örnekler 50 μ m Al partikülleriyle, 4 bar basınç altında, 5'er saniye kumlandı (Şekil 2.16).



2.3.2.Freze: Freze işlemi için kalın grenli elmas frez (107-181 μm , ISO 806314111534014, 837 LG 014, Meisinger, Almanya) kullanıldı (Şekil 2.14). Homojen bir freze işlemi için örnekler 5 mm çaplı bir tutucuya sabitlendi (Şekil 2.15). İşlem su soğutması altında, 150.000 rpm hızda ve parmak basıncıyla kontrollü olarak aynı kişi tarafından gerçekleştirildi. Her örnekten sonra frez değiştirildi, yeni bir frez kullanıldı ve her bir örneğin yüzeyi 5 kez yukarı aşağı, 5 kez de sağ ve sol olmak üzere frezle 10'ar kez aşındırıldı (Şekil 2.15).



Şekil.2.14. Freze işlemi için kullanılan frezler



Şekil.2.15. Aşındırma işlemi

Şekil.2.16. Heraeus kumlama cihazı

2.3.3.Asit: Her gruptaki 10'ar örnek 16 saat boyunca %4'lük asidik asit solüsyonunda bekletildi (Şekil 2.17).



Şekil 2.17. Asit solüsyonunda bekletilen örnek

2.3.4.Plazma Sprey: Plazma sprej işlemi için plazma sprej cihazı kullanıldı. Örneklerin her biri 4' er dakika plazma sprej cihazında oksijenle muamele edildi (Şekil 2.18).



Şekil 2.18.Plazma sprej cihazı

2.4.Yüzey Analizleri:

2.4.1.XRD Analizi

Çalışmamızda, materyalin faz dönüşüm miktarının incelenmesi için Orta Doğu Teknik Üniversitesi Metalürji Mühendisliği Bölümünde, XRD laboratuvarında bulunan X Ray Difraktometresi (PO#=BD54-0005 Model:D/MAX2200/PC) kullanıldı (Şekil 2.19).

Örnekler yüzey işlemlerinden önce ve sonra Cu K α radyasyon kullanan X Ray Difraktometresinde 20-40 derece 2 θ açısı arasında taratılarak analiz edildi.

Örneklerin yüzeylerinde faz dönüşümüne uğramış monoklinik zirkonyum oksit grenlerinin oransal miktarı Garvie ve Nicholsan (1972) metoduna göre tespit edildi.



Şekil.2.19. X Ray Difraktometresi

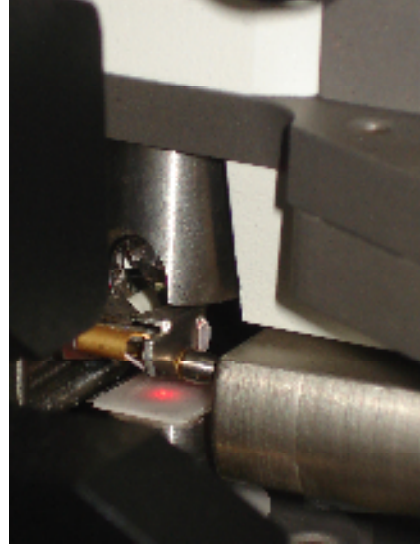
2.4.2. Atomik Kuvvet Mikroskobu ile Yüzey Analizi

Çalışmamızda, Atomik Kuvvet Mikroskobu'yla yüzey pürüzlülüğü ölçümleri, Ankara Üniversitesi Fizik Mühendisliği laboratuvarında bulunan, yarı-kontakt mod, Solver PRO ile yapıldı (Şekil 2.,20,21).

DC ve YZ materyallerinin alt gruplarından rastgele seçilen birer örnek üzerinde yüzey işlemlerinden sonra Solver Pro AFM cihazı ile yüzey pürüzlülüğü ölçümleri elde edildi.

Atomik kuvvet mikroskobundaki ölçüm için, örnekler özel bir silindire yapıştırılıp cihazın içine yerleştirildi. Yüzey taramaları kalibrasyon

gerçekleştirildikten sonra tamamlandı. Kalibrasyon, her ölçüm aşamasında tekrarlandı. 1,6 x 3,6 x 0,4 mm boyutlarında destek yüzeyi altın kaplamalı, piramidal NSGO1 silikon uç kullanıldı. Yüzey ölçümleri 1,6 Hz tarama hızında gerçekleşti. 10 μm ' lik alanlar tarandı. Örneklerin 256 x 256 piksel çözünürlükteki üç boyutlu görüntüleri ve ortalama yüzey pürüzlülüğü (Ra) değerleri saptandı ve kaydedildi.



Şekil.2.19.20Solver Pro Atomik Kuvvet Mikroskobu ve ölçüm bölümü

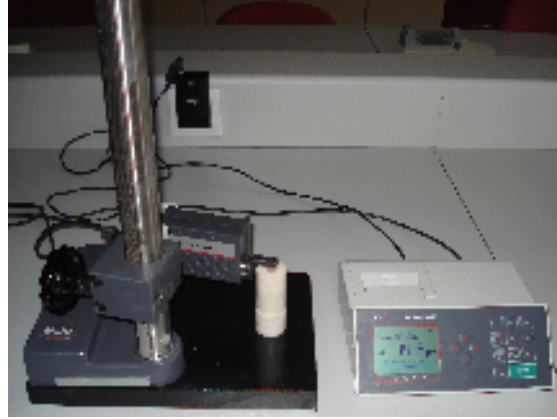
2.4.3.Profilometre ile Yüzey Analizi

Çalışmamızda, yüzey pürüzlülüğü değerlendirmesinde Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protez Laboratuvarında bulunan Perthometer M2 profilometre cihazı kullanıldı (Şekil 2.21).

Ölçüm sırasında örneklerin sabit tutulması için örnekler cihaz üzerinde mevcut olan poliasetat kalıba sabitlendi.

Cihazın en önemli teknik özellikleri şöyledir: ölçüm uzunluğu 1,75; 5,5 ya da 17,5 mm olarak ayarlanabilir. Ölçüm sahasını 1'den 5'e kadar parçalayarak (n: ölçümleme uzunluğu) ölçülebilir. Ölçü uzunluğuna göre uygun olan diğer parametreler otomatik olarak ayarlanabilir. Hareketli pick-up kalibrasyonu yapılabilir. Ra, Rmax, Rpm ve başka birçok parametreyi hesaplayabilir.

Çalışmamızda ölçüm aralığı 1,75 mm; örnekleme uzunluğu $n=2$ olarak ayarlandı. Ölçme probu olarak, sette bulunan 100 μm ölçüm menziline sahip NHT-6 tarayıcı iğne kullanıldı. Ölçme kuvveti ise yaklaşık 0,7 Mn'dir. Her örneğin ortalama yüzey pürüzlülüğü değeri (R_a) kaydedildi. Her 10 ölçümde bir kalibrasyon işlemi yapıldı. Ölçümler, örneklerin merkezinde olacak şekilde gerçekleştirildi.



Şekil 2.21. Perthometer M2 profilometre cihazı

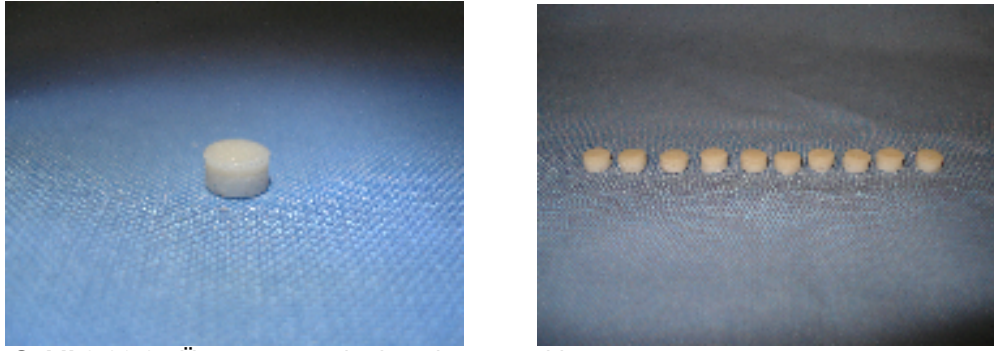
2.5.Zirkonyum Oksit Disklerin Feldspatik Porselenle Kaplanması

Örneklerin kaplanmasında standart bir prosedür oluşturabilmek için, Gazi Üniversitesi Endüstri Meslek Lisesi Tesviye ve Kalıpcılık Laboratuvarı'nda, 5 mm çapında, uzunluğu vida sistemiyle ayarlanabilen, pirinçten özel bir kalıp hazırlandı (Şekil 2.21).



Şekil.2.22. Tabakalama işlemi için hazırlanan pirinç tutucu

Zirkonyum oksit diskler sırayla pirinç tutucuya yerleştirildi. Zirkonyum oksit porselenler için özel olarak hazırlanmış porselen tozu (Lava™* Ceram, D A2, 3M ESPE, Germany) üretici firmanın likitiyle karıştırıldı ve hazırlanan karışım 2 mm kalınlığında zirkonyum oksit diskin üzerine yerleştirildi. Fazla nem bir peçete yardımıyla emdirildi. Her bir tabakalanmış zirkonyum oksit disk üretici firmanın tavsiyesi doğrultusunda fırınılandı (Çizelge 2.3.). İlk fırınlamadan sonra porselenin fırınlama büzülmesinden dolayı bir kere daha porselen yığılarak fırınılandı.



Şekil.2.23.24.Üstyapı porseleni yığılmış örnekler

Seramik	(C°)B	(dk)S	(C°) t	(C°)T	(dk)H
Lava™*Ceram	450	4 dk	45	810	1 dk

Çizelge.2.3.Seramik pişirme ısıları

B: Hazırlık ısı S: Ön kurutma süresi t: Porselen fırın ısısının bir dakikada yükselme derecesi T: Pişirme derecesi H: Pişirme derecesinde durma süresi

2.6.Makaslama Bağlantı Kuvveti Deneyi

Tabakalanma işlemi tamamlanmış örnekler daha önceden hazır olarak bulunan, paslanmaz çelikten hazırlanmış, 1,5 x 14,5 x 25 mm boyutlarında, üzerinde 5,5 mm çapında 10 adet delik bulunan metal plakaya akrille (Meliodent) sabitlendi.



Şekil.2.25.Örneklerin metal plakaya yerleştirilmesi

Bağlantı kuvveti testi , Universal Testing Machine (Lloyd-LRX; Lloyd Instruments, Fareham, UK)' de crosshead hızı 0,5 mm/min olacak şekilde gerçekleştirilmiştir (Şekil 2.25, 2.26).



Şekil.2.25.26.Lloyd kırma cihazı

2.7.İstatistiksel Analiz

Verilerin analizi SPSS (Statistical Package for Social Science) 11.,5 paket programında yapılmıştır. Sürekli ölçümlü değişkenlerin normal dağılıma uygun dağılım gösterip göstermediği Shapiro Wilk testi ile araştırılmıştır. Tanımlayıcı istatistikler ortalama \pm st.sapma biçiminde gösterilmiştir.

Materyallerin ve yöntemlerin altyapı ve üstyapı porselenleri arasındaki bağlantı direncine olan etkileri 2-Yönlü Varyans (Two-Way ANOVA) analizi ile incelenmiştir. Etkileşim etkisi önemli bulunduğu için yöntemler içerisinde

materyaller arasındaki farkın önemliliği Bonferroni Düzeltmeli Student's t testi ile materyaller içerisinde yöntemler arasındaki farkın önemliliği ise Bonferroni Düzeltmeli Tek Yönlü Varyans (One-Way ANOVA) analizi ile test edilmiştir. Tek Yönlü Varyans analizi sonucunun önemli bulunduğu durumda, anlamlı farka neden olan yöntem veya yöntemleri tespit etmek amacıyla post hoc Tukey testi kullanılmıştır.

Pürüzlülük derecesi ve X-Ray ölçüm değerleri yönünden materyaller arasındaki farkın önemliliği Mann Whitney U testi kullanılarak, yöntemler arasındaki farkın önemliliği ise Kruskal Wallis testi ile araştırılmıştır. Kruskal Wallis test istatistiği sonucunun önemli bulunduğu durumlarda ise anlamlı farka neden olan yöntem veya yöntemleri tespit etmek amacıyla Kruskal Wallis çoklu karşılaştırma testi kullanılmıştır.

Bağlantı direnci ile sırasıyla; pürüzlülük derecesi ve X-Ray ölçüm değerleri arasındaki doğrusal ilişkinin anlamlılığı ise Pearson korelasyon testi ile değerlendirilmiştir.

Olası tüm alt grup çözümlerinde Bonferroni Düzeltmesi yapıldı. $P < 0,05$ için sonuçlar istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir.

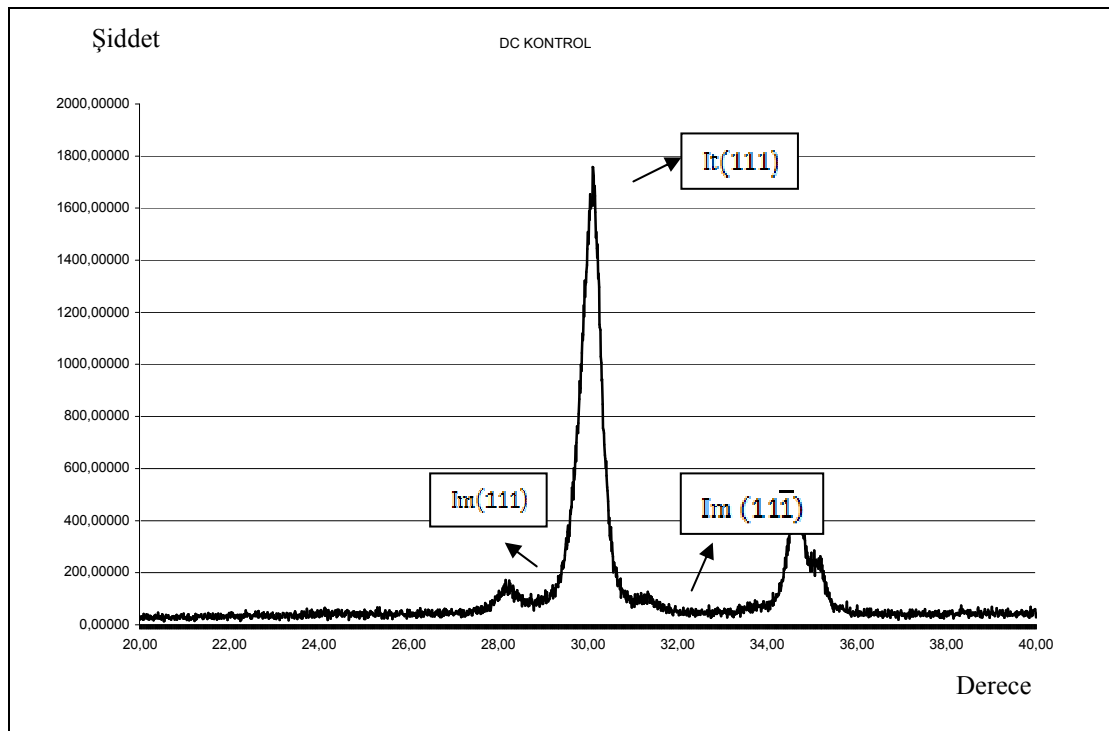
3.BULGULAR

3.1. XRD Bulguları

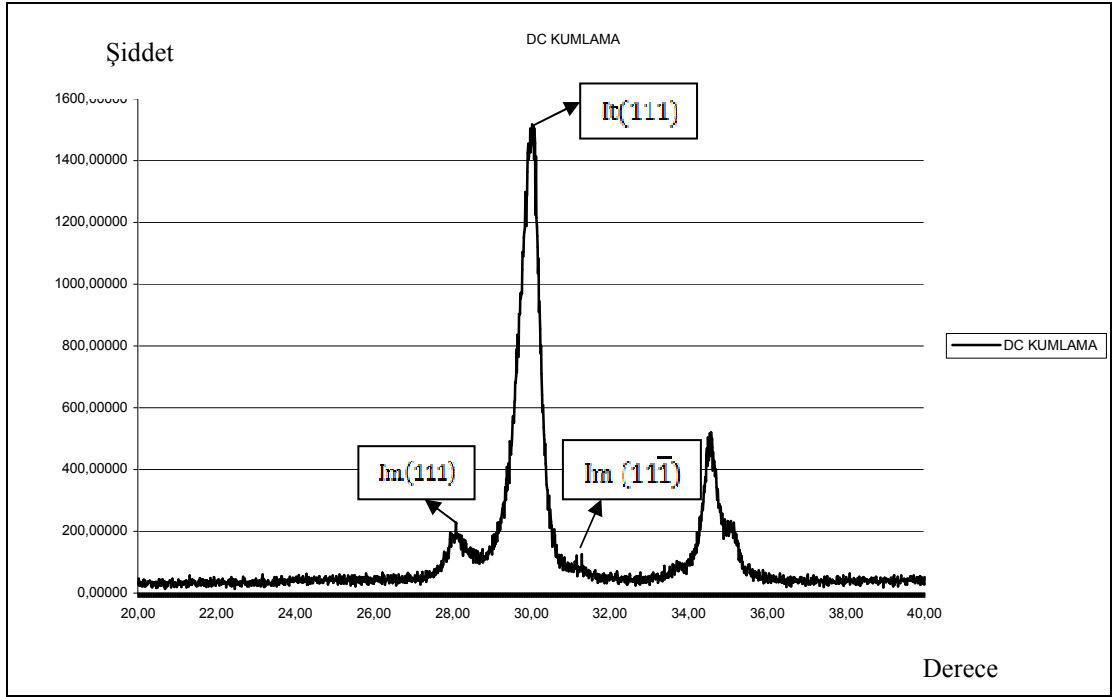
3.1.1. DC Zirkonyum Oksit XRD Bulguları

XRD analizinde 2θ , 20–40 ° aralığında, tetragonal fazın tepe noktaları 30,01; 34,5; 35.,2 ° de, monoklinik fazın tepe noktaları 28,07° ve 31,2° 'de oluşmaktadır. Tepelerin şiddetleri yüzeylerindeki tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşüm büyüklüğü ile değişmektedir.

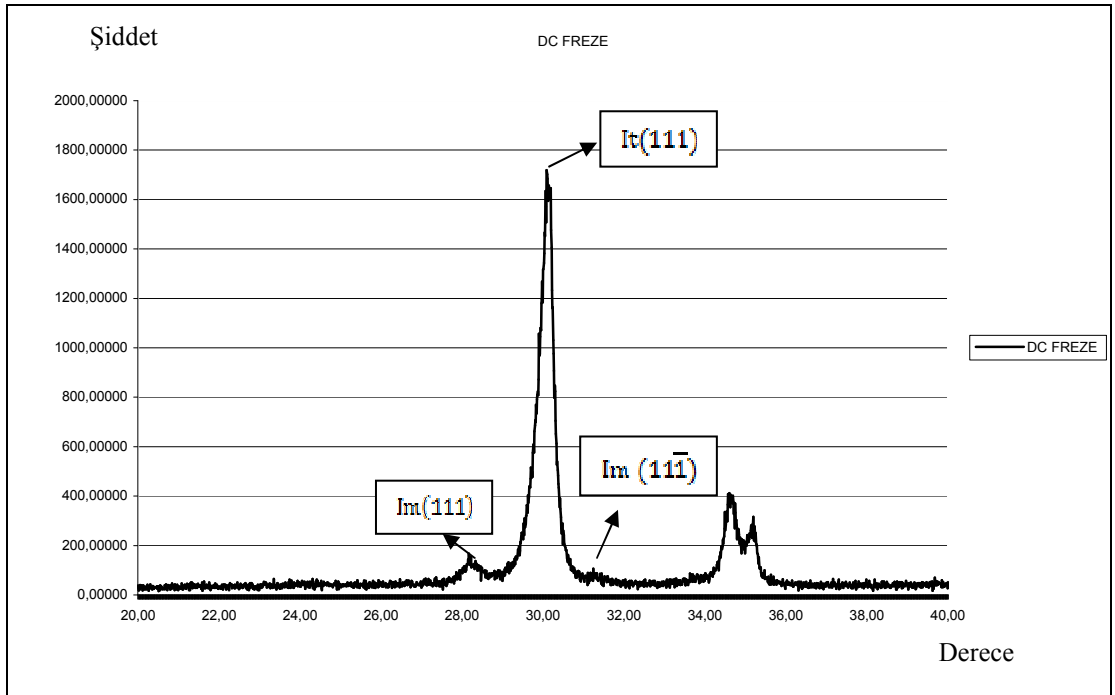
DC zirkonyum oksit örneklerinde, kontrol, kuşlama, freze, asit, plazma işlemlerinden sonra alınan XRD verileri aşağıdaki grafiklerde sırasıyla verilmekte, tetragonal ve monoklinik fazların tepe noktaları belirtilmektedir (Şekil 3.1, 3.2, 3.3, 3.4, 3.5). Grafiklerde gösterilen tepe noktaları Garvie ve Nicholsan (1972) formülünde kullanılmıştır.



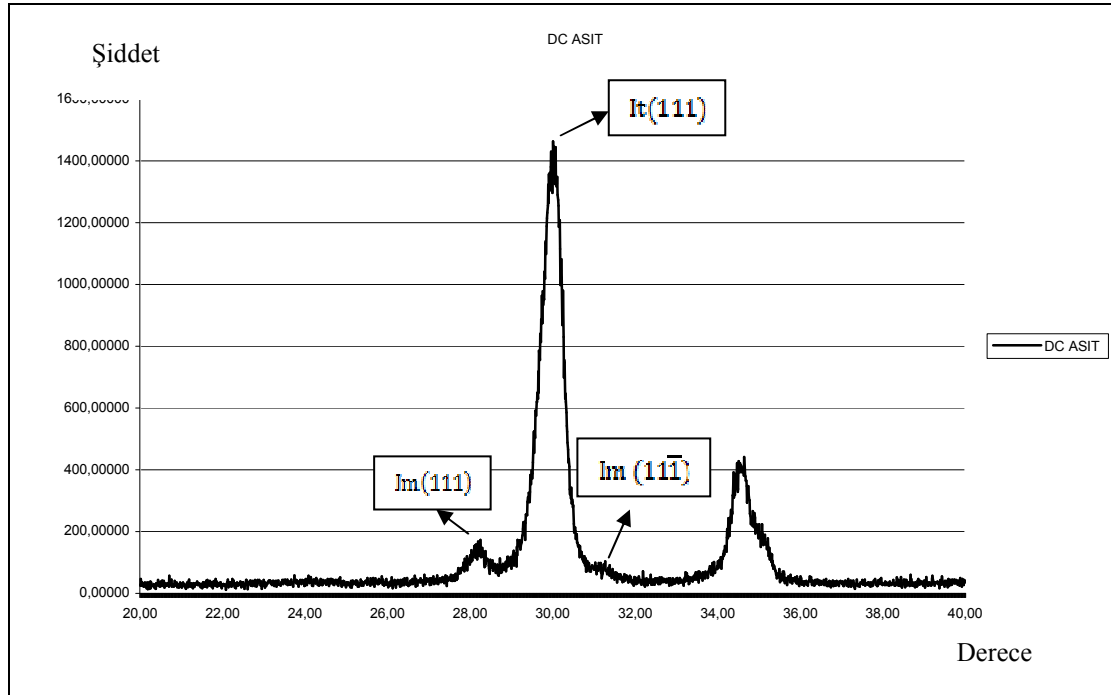
Şekil 3.1.DC kontrol grubu örneklerin XRD verileri



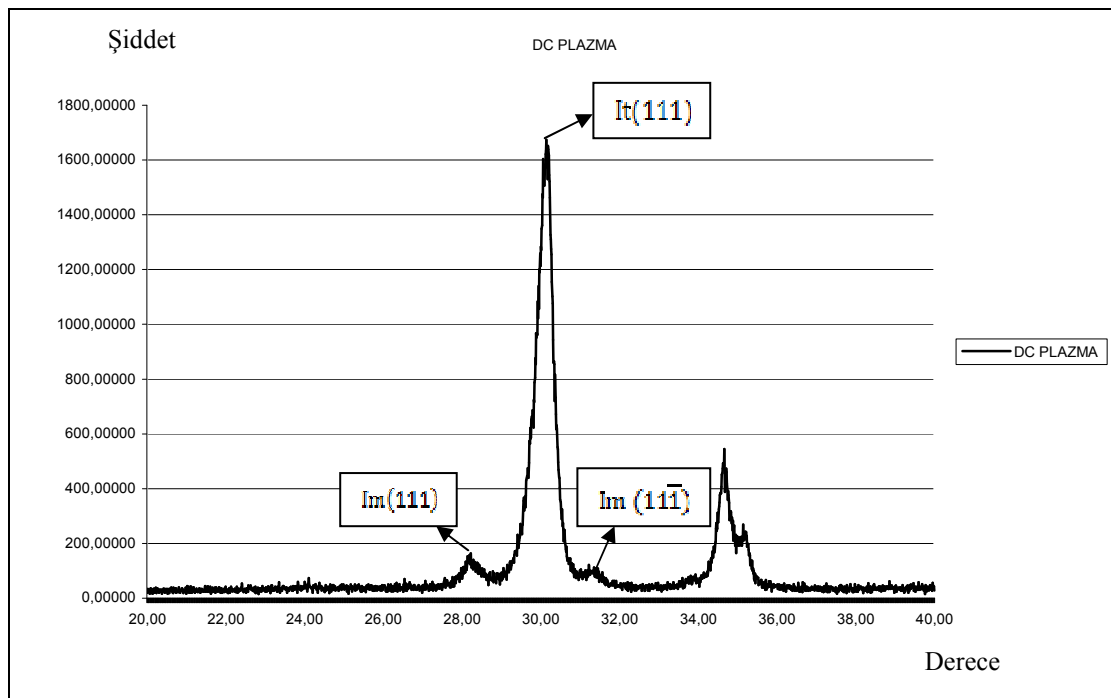
Şekil 3.2.DC kurlanmış örneklerin XRD verileri



Şekil 3.3.DC freze örneklerin XRD verileri



Şekil 3.4.DC asit örneklerin XRD verileri



Şekil 3.5.DC plazma örneklerin XRD verileri

DC zirkonyum oksit örnekler için Garvie ve Nicholsan metoduna göre aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanan monoklinik faz yüzdeleri çizelge 3.1'de gösterilmektedir.

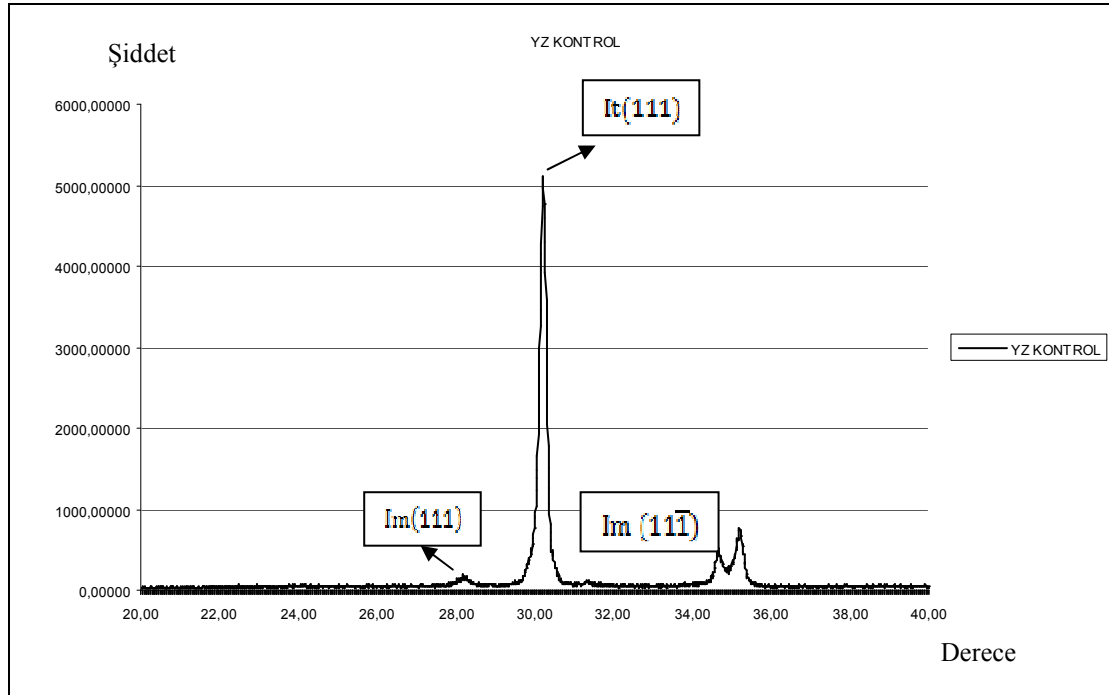
$$X_m = \frac{I_m(111) + I_m(1\bar{1}\bar{1})}{I_m(111) + I_m(1\bar{1}\bar{1}) + I_t(111)}$$

Materyal	Uygulanan Yöntem	Monoklinik Faz Oranı (%)		
		1.Sonuç	2.Sonuç	3.Sonuç
DC	Kontrol	%14	%13.7	%14.3
	Kumlama	%18.9	%18.7	%19.1
	Asit	%15.9	%15.5	%16.3
	Freze	%13.1	%13.3	%13
	Plazma	%14.5	%14.2	%14.4

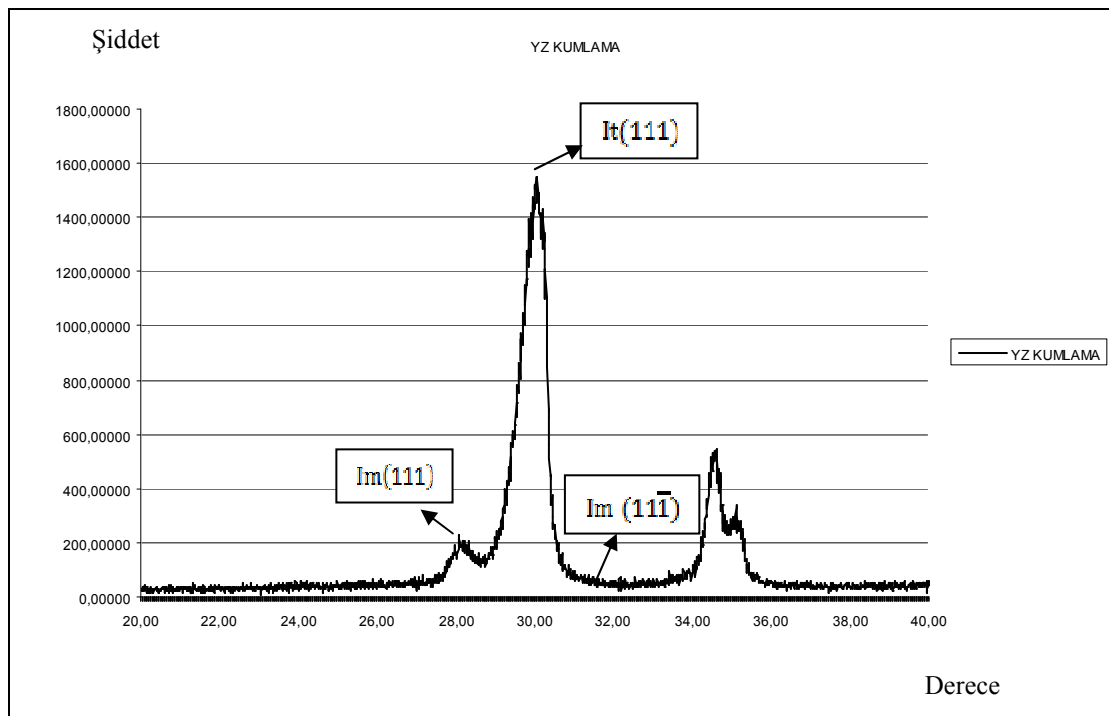
Çizelge 3.1. XRD ile elde edilen verilere göre hesaplanan DC örneklerin monoklinik faz yüzdeleri

3.1.2. YZ Zirkonyum Oksit XRD Bulguları

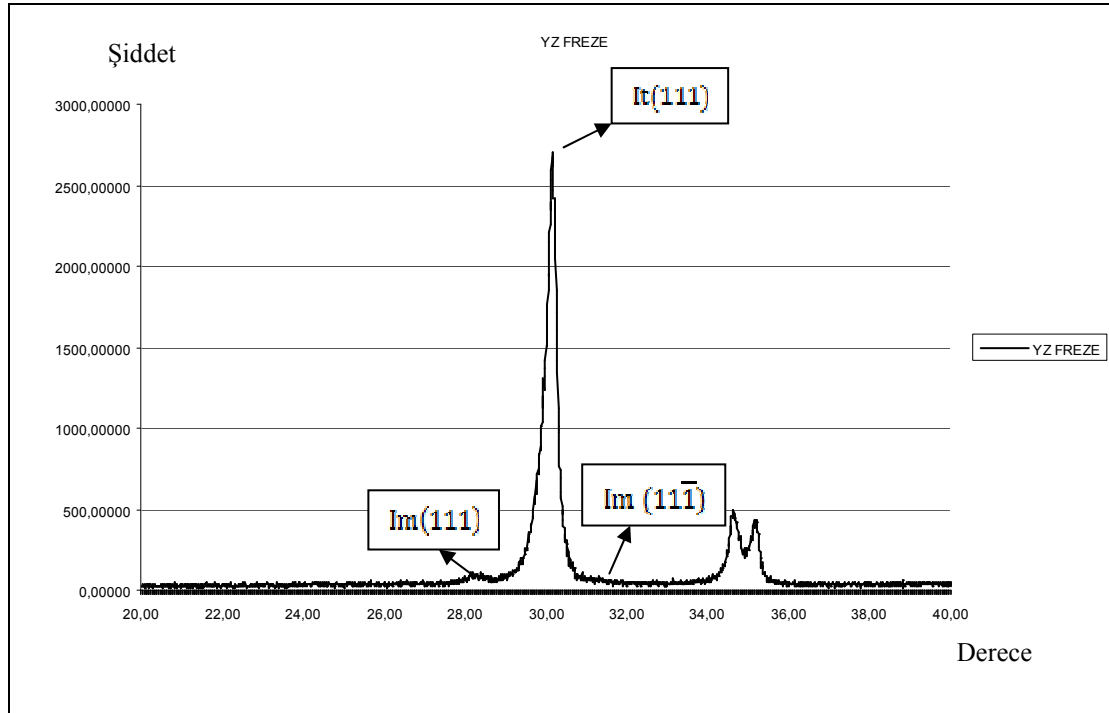
YZ zirkonyum oksit örneklerde, kontrol, kumlama, freze, asit, plazma işlemlerinden sonra alınan XRD verileri aşağıdaki grafiklerde sırasıyla verilmekte, tetragonal ve monoklinik fazların tepe noktaları belirtilmektedir (Şekil 3.6, 3.7, 3.8, 3.9, 3.10).



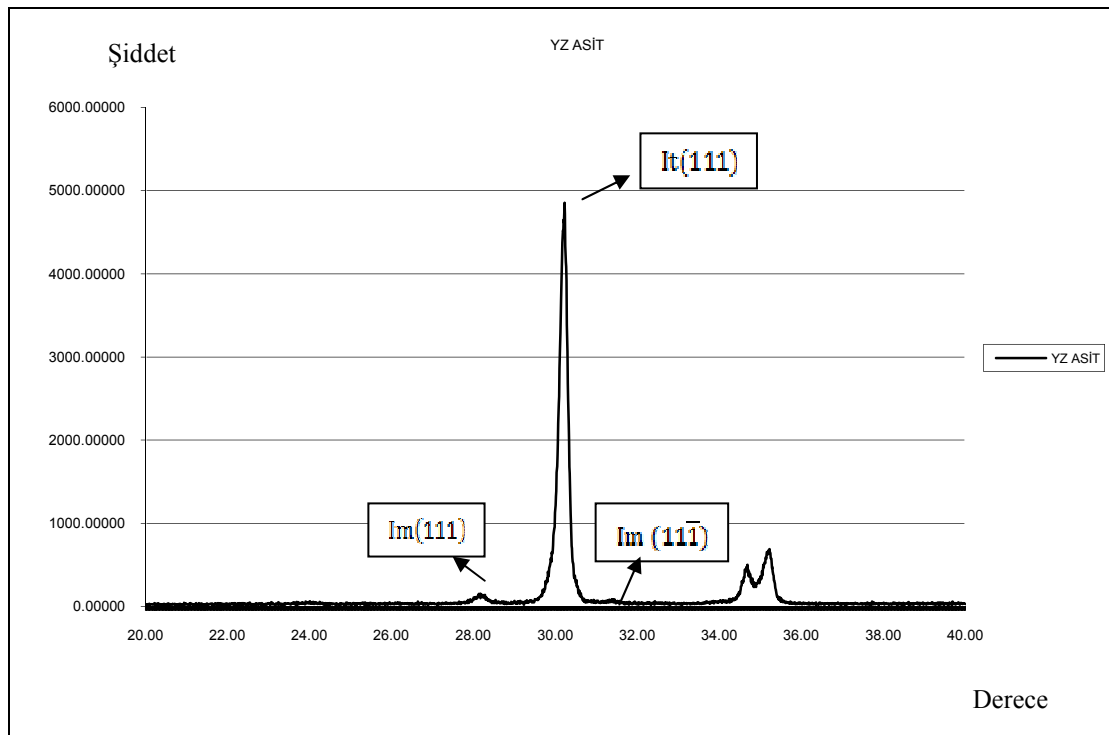
Şekil.3.6.YZ kontrol örneklerin XRD verileri



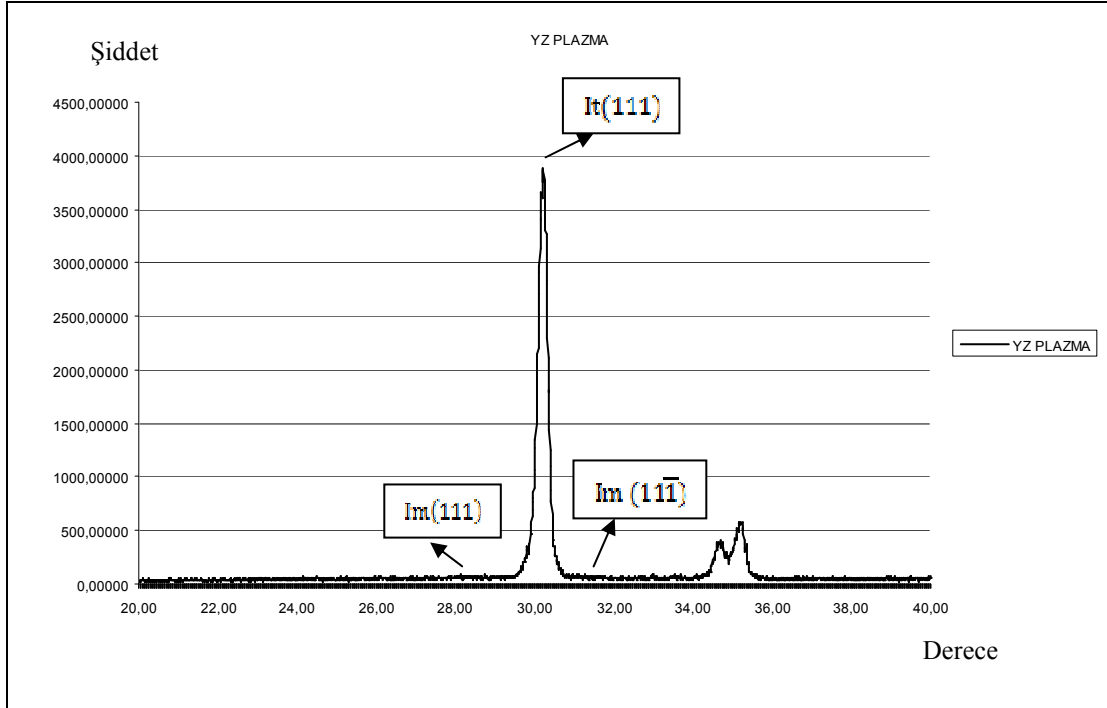
Şekil.3.7.YZ kumlama örneklerin XRD verileri



Şekil.3.8.YZ freze örneklerin XRD verileri



Şekil.3.9.YZ asit örneklerin XRD verileri



Şekil.3.10.YZ plazma örneklerin XRD verileri

YZ zirkonyum oksit örnekler için Garvie ve Nicholman metoduna göre hesaplanan monoklinik faz yüzdeleri çizelge 3.2'de gösterilmektedir.

Materyal	Uygulanan Yöntem	Monoklinik Faz Oranı (%)		
		1.Sonuç	2.Sonuç	3.Sonuç
YZ	Kontrol	%5.1	%5.3	%4.9
	Kumlama	%15.5	%15.3	%15.2
	Asit	% 4.6	% 4.4	%4.8
	Freze	% 5.3	%5.4	%5.1
	Plazma	%2.9	%3.2	%3.5

Çizelge 3.2. XRD ile elde edilen verilere göre hesaplanan YZ örneklerin monoklinik faz yüzdeleri

X-Ray ölçümleri yönünden materyaller arasındaki farkın önemliliği Mann Whitney U testi kullanılarak, yöntemler arasındaki farkın önemliliği ise Kruskal Wallis testi ile araştırılmıştır. Kruskal Wallis test istatistiği sonucunun önemli bulunduğu durumlarda ise anlamlı farka neden olan yöntem veya

yöntemleri tespit etmek amacıyla Kruskal Wallis çoklu karşılaştırma testi kullanılmıştır.

Çizelge 3.3 de X-Ray ölçümleri üzerinde materyal ve yöntemlerin birlikte etkilerinin dağılımı gösterilmektedir. Tabloya göre $p < 0.05$ için şu değerlendirmeler yapılabilir.

Tüm DC örnekler içerisinde en fazla monoklinik faz, kumlama sonrasında bulgulanmıştır. Kumlama sonrası gerçekleşen monoklinik faz yüzdesi ile asit uygulanan örneklerde görülen monoklinik faz yüzdesi arasında anlamlı fark bulgulanmamıştır.

DC plazma örneklerde bir miktar faz dönüşümü gerçekleştiği tespit edilmiş, kontrol grubuyla arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmamıştır.

DC grubunda freze örneklerinde tersine faz dönüşümü gerçekleştiği gözlemlenmiş ve diğer tüm gruplarla arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmıştır.

Tüm YZ örnekleri içerisinde en fazla monoklinik faz kumlanan örneklerde tespit edilmiştir. Diğer örnek gruplarından farkı istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmıştır.

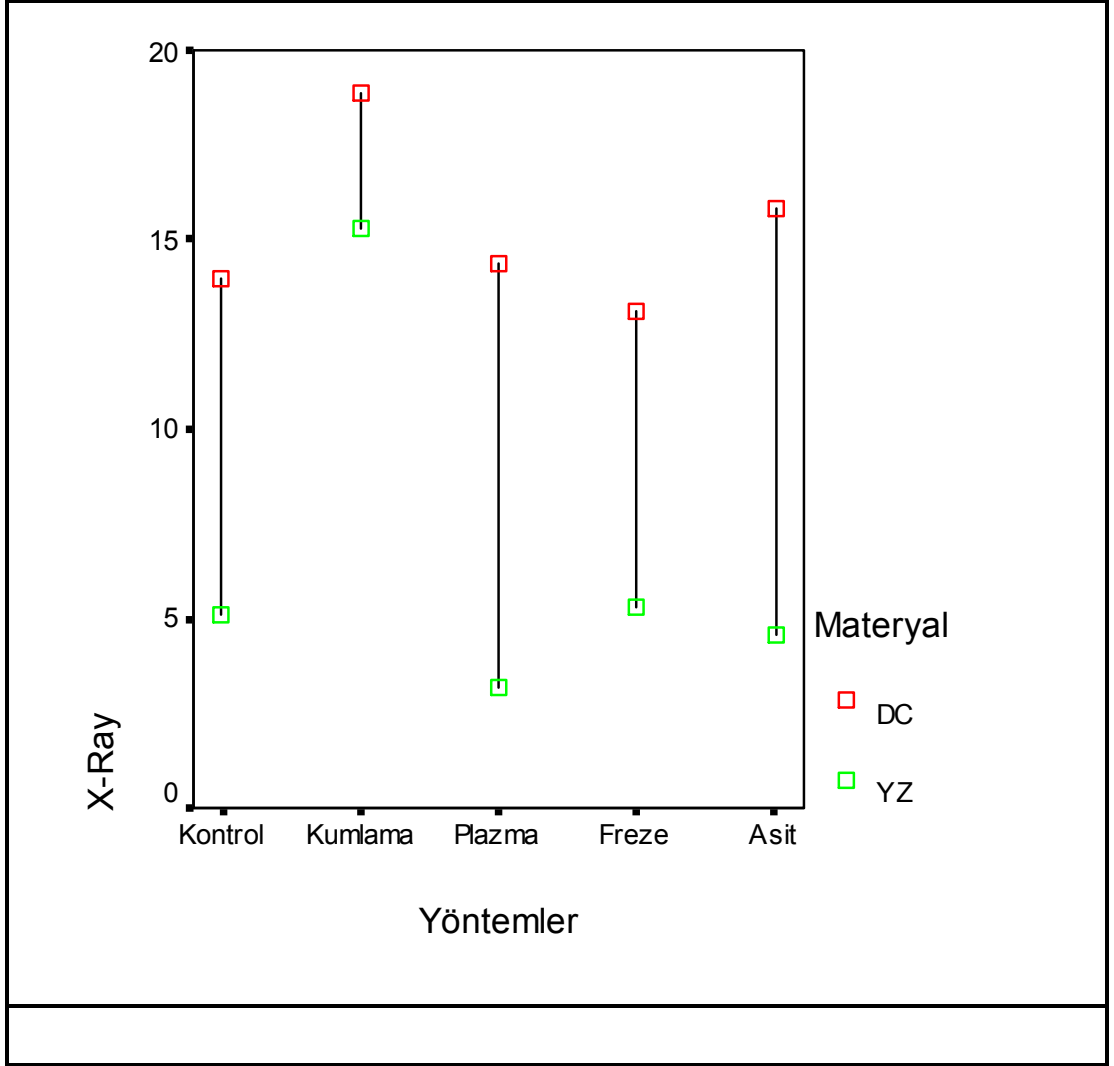
YZ plazma örneklerde monoklinik fazda azalma gözlemlenmiştir. Bu azalma asit grubu örnekleri hariç, tüm gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmıştır.

YZ freze grubunda faz dönüşümünde bir miktar artış gerçekleştiği tespit edilmiş, kontrol grubuyla arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmamıştır.

YZ asit grubunda monoklinik fazda bir miktar düşüş gözlemlenmiş, YZ plazma hariç tüm gruplar arasındaki fark anlamlı bulgulanmıştır.

	DC	YZ	p ^a
Kontrol	14.0 ± 0.24	5.1 ± 0.18	<0.001
Kumlama	18.9 ± 0.16	15.3 ± 0.13	<0.001
Plazma	14.4 ± 0.14	3.2 ± 0.26	<0.001
Freze	13.1 ± 0.13	5.3 ± 0.13	<0.001
Asit	15.9 ± 0.35	4.6 ± 0.16 ^{c,d,f}	<0.001
p^b	<0.001	<0.001	

Çizelge 3.3.X-Ray Ölçümleri Üzerinde Materyal ve Yöntemlerin Birlikte Etkilerinin Dağılımı
a Yöntemler içerisinde materyaller arası yapılan karşılaştırmalar
b Materyaller ve tüm denekler içerisinde yöntemler arası yapılan karşılaştırmalar
Çizgilerin uçlarını gösteren gruplar arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı (p<0.05).



Şekil 3.11. X-Ray Ölçümleri Üzerinde Materyal ve Yöntemlerin Birlikte Etkilerinin Dağılımı

Şekil 3.11'de tüm grupların X-Ray ölçümlerinin materyal ve yöntemler üzerine dağılımı görülmektedir. Tüm yüzey işlemleri arasında en fazla monoklinik faz dönüşümüne sebep olan yöntem kuşlamadır. Diğer yöntemlerin etkileri materyale göre değişmektedir. DC grubuna ait örnekler, YZ örneklerine oranla genel olarak daha fazla monoklinik faza sahiptir.

3.2. Profilometre Bulguları

Her bir gruptaki 7 şer örnekten elde edilen profilometre sonuçları çizelge 3.4.'de gösterilmektedir.

GRUPLAR	Kontrol edilen örnekler						
	1	2	3	4	5	6	7
YZ Kontrol	0.880	0.543	0.990	0.690	0.806	0.850	0.964
DC Kontrol	1.407	2.159	2.387	1.574	2.266	2.556	1.244
YZ Kumlama	0.989	1.005	0.788	0.974	1.070	1.074	0.992
DC Kumlama	1.902	1.875	2.598	1.588	2.064	2.386	1.968
YZ Freze	4.678	6.141	5.780	7.042	6.937	6.532	5.235
DC Freze	5.616	5.406	5.961	4.727	7.619	5.153	5.320
YZ Asit	0.909	0.934	0.968	0.650	0.918	0.866	0.806
DC Asit	2.761	2.318	1.926	2.069	2.991	2.517	3.157
YZ Plazma	0.996	0.813	0.612	0.818	0.920	0.800	0.426
DC Plazma	1.733	2.484	2.055	2.740	1.854	1.415	2.301

Çizelge 3.4. Profilometre sonuçları (Ra)

Pürüzlülük ölçümleri yönünden materyaller arasındaki farkın önemliliği Mann Whitney U, yöntemler arasındaki farkın önemliliği ise Kruskal Wallis testleri kullanılarak araştırılmıştır. Kruskal Wallis test istatistiği sonucunun önemli bulunduğu durumlarda ise anlamlı farka neden olan yöntem veya yöntemleri tespit etmek amacıyla Kruskal Wallis çoklu karşılaştırma testi kullanılmıştır.

Çizelge 3.5'de pürüzlülük derecesi üzerinde materyal ve yöntemlerin birlikte etkilerinin dağılımı gösterilmektedir. Tabloya göre $p < 0.05$ için şu değerlendirmeler yapılabilir.

DC grupları arasında en fazla pürüzlülük değerine sahip yöntem freze olarak ölçülmüştür. Tüm gruplar arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmıştır.

DC kumlama ve plazma gruplarının Ra değerlerinde bir miktar artış tespit edilmiştir. Kontrol grubuyla aralarındaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmamıştır.

DC asit grubunun Ra değerindeki artış freze grubundan daha az, diğer tüm gruplardan fazla ölçülmüştür. Tüm gruplar arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmıştır.

YZ grupları arasında en fazla pürüzlülük değeri freze grubunda tespit edilmiştir. Tüm gruplar arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmıştır.

YZ kumlama grubunun Ra değerinde bir miktar artış olmuştur ve bu değer YZ kontrol, plazma ve asit gruplarından istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmıştır.

YZ plazma ve asit gruplarının Ra değerlerindeki artış istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmamıştır.

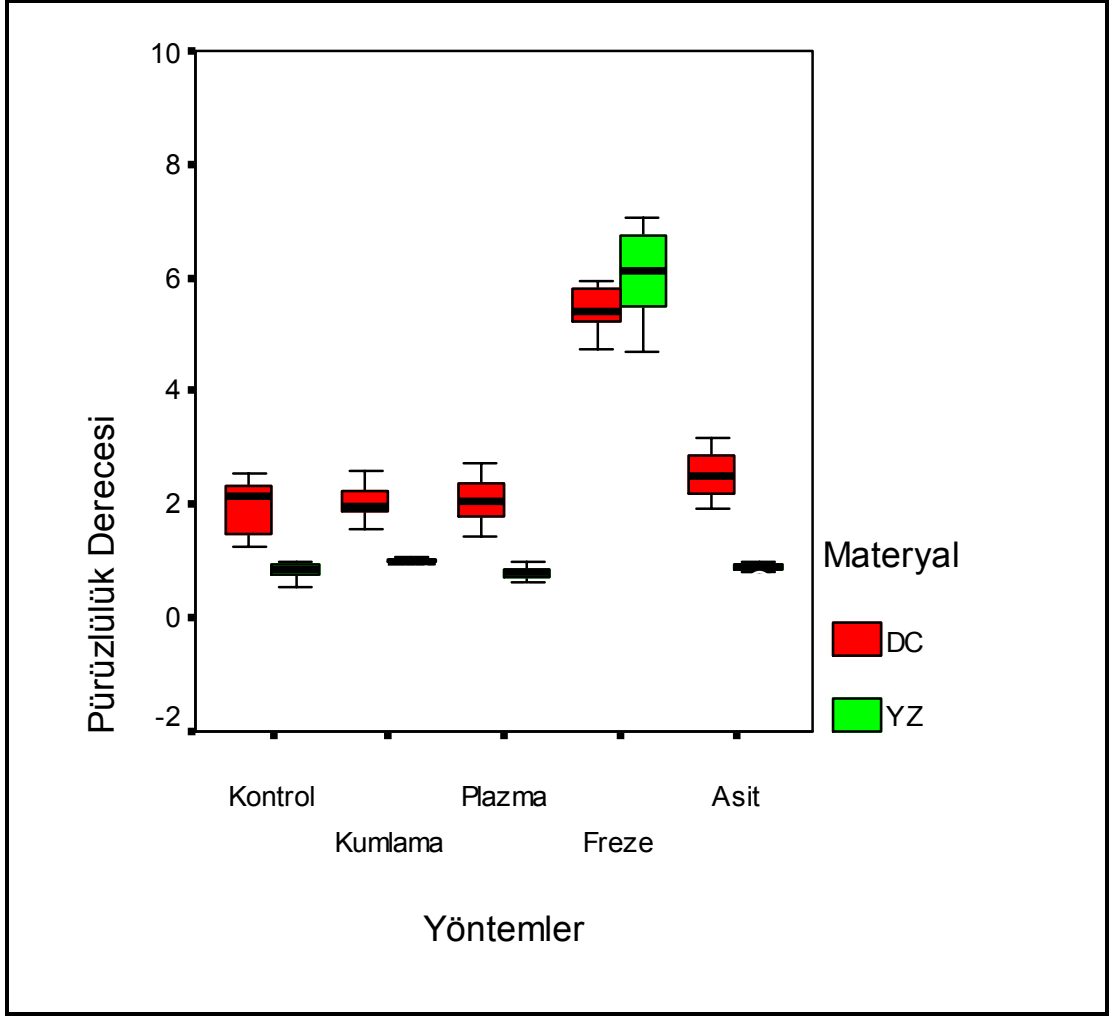
	DC	YZ	p ^a
Kontrol	1.9 ± 0.52	0.8 ± 0.16	<0.001
Kumlama	2.1 ± 0.34	1.0 ± 0.10	<0.001
Plazma	2.1 ± 0.46	0.8 ± 0.19	<0.001
Freze	5.7 ± 0.93	6.0 ± 0.88	0.456
Asit	2.5 ± 0.46	0.9 ± 0.11	<0.001
p^b	<0.001	<0.001	

Tablo 3.5. Pürüzlülük derecesi üzerinde materyal ve yöntemlerin birlikte etkilerinin dağılımı

a Yöntemler içerisinde materyaller arası yapılan karşılaştırmalar

b Materyaller ve tüm denekler içerisinde yöntemler arası yapılan karşılaştırmalar

Çizgilerin uçlarını gösteren gruplar arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı (p<0.05).



Şekil 3.12. Pürüzlülük derecesi üzerinde materyal ve yöntemlerin birlikte etkilerinin dağılımı

Şekil 3.12'de pürüzlülük derecesi üzerinde materyal ve yöntemlerin birlikte etkilerinin dağılımı gösterilmektedir. Gruplar arasında en fazla pürüzlülüğe sahip olan yöntem frezedir. Diğer yöntemler, materyallerde farklı etkilere sahiptirler. DC grupları genel olarak YZ gruplarından daha yüksek Ra değerlerine sahiptir.

3.3.Bağlantı Kuvveti Bulguları

Tablo 3.6' da bağlantı direnci üzerinde materyal ve yöntemlerin birlikte etkilerinin dağılımı gösterilmektedir. Tabloya göre $p < 0.05$ için şu değerlendirmeler yapılabilir.

DC grupları arasında en fazla bağlantı kuvvetine sahip olan grup DC freze olarak tespit edilmiştir. Bu değer, diğer gruplarla karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır.

DC asit ve kumlama örneklerinde bağlantı direncinde azalma sebep gözlemlenmiş, fakat bu azalmaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmamıştır.

YZ örneklerine uygulanan yüzey işlemleri sonucunda freze grubunda bağlantı direncinde bir miktar artma gözlemlenmiştir, diğer gruplarla arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmamıştır.

YZ materyalinde kumlama, asit, plazma işlemlerinin bağlantı direnci değerleri kontrol grubu ile karşılaştırıldığında bir miktar azalma gözlemlenmiş, en fazla azalma plazma grubunda tespit edilmiştir. YZ plazma grubunun bağlantı direnci değeri kontrol, kumlama ve freze gruplarıyla karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı fark bulgulanmamıştır.

Bağlantı direncinde azalmaya sebep olan diğer grup YZ asit olarak tespit edilmiştir. Azalmadaki fark kontrol ve freze gruplarıyla karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmıştır.

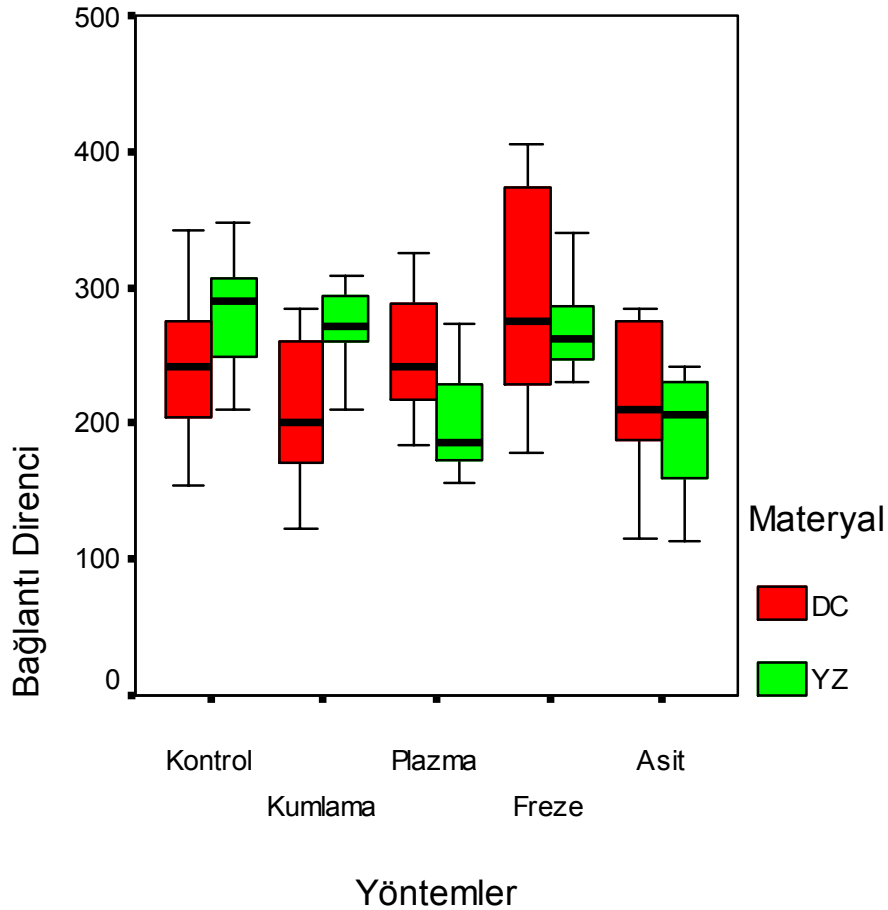
YZ freze ve kumlama gruplarındaki bağlantı değerleri kontrol grubuyla karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmıştır.

	DC	YZ	p ^a
Kontrol	8,53 ± 2,96	13,84 ± 1,93	0.171
Kumlama	9,87 ± 2,83	13,27 ± 2,02	0.019 ^c
Plazma	11,05 ± 2,36	10,25 ± 2,04	0.030 ^c
Freze	14,12 ± 4,27	14,23 ± 2,25	0.552
Asit	10,77 ± 2,93	11,69 ± 3,22	0.894
p^b	0.034 ^d	<0.001	

Çizelge 3.6 Bağlantı direnci üzerinde materyal ve yöntemlerin birlikte etkilerinin dağılımı
a Yöntemler içerisinde materyaller arası yapılan karşılaştırmalar
b Materyaller ve tüm denekler içerisinde yöntemler arası yapılan karşılaştırmalar
Çizgilerin uçlarını gösteren gruplar arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı (p<0.05).

c Bonferroni Düzeltmesine göre materyaller arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değil (p>0.01).

d Bonferroni Düzeltmesine göre yöntemler arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı değil (p>0.025).



Şekil 3.13 Bağlantı Direnci Üzerinde Materyal ve Yöntemlerin Birlikte Etkilerinin Dağılımı

Şekil 3.13' de bağlantı direnci üzerinde materyal ve yöntemlerin birlikte etkilerinin dağılımı gösterilmektedir. En yüksek bağlantı direnci değeri DC freze grubu örneklerinde görülmektedir Diğer gruptaki değerler materyal ve yöntemle göre farklılık göstermektedir.

3.4. Bağlantı Direnci, Pürüzlülük Derecesi ve X-ray Ölçümleri Arasındaki İlişki

Bağlantı direnci ile sırasıyla; pürüzlülük derecesi ve X-Ray ölçümleri arasındaki doğrusal ilişkinin anlamlılığı ise Pearson korelasyon testi ile değerlendirilmiştir.

Olası tüm alt grup çözümlerinde Bonferroni Düzeltmesi yapılmıştır. $P < 0,05$ için sonuçlar istatistiksel olarak anlamlı kabul edilmiştir.

Yapılan incelemeler sonucunda pürüzlülük derecesinin ve faz dönüşümünün bağlantı direncine istatistiksel olarak anlamlı etkisi olmadığı görülmüştür.

Bağlantı direnci ile pürüzlülük derecesi arasındaki ilişki ve anlamlılık düzeyi çizelge 3.7' de gösterilmiştir.

Bağlantı direnci ile faz dönüşümü arasındaki ilişki ve anlamlılık düzeyi çizelge 3.8' de gösterilmiştir.

	Pürüzlülük Derecesi					
	DC		YZ		Genel	
	<i>r</i>	<i>p</i>	<i>r</i>	<i>p</i>	<i>r</i>	<i>p</i>
Kontrol	-0.408	0.363	0.804	0.029 ^a	-0.444	0.111
Kumlama	-0.279	0.545	-0.086	0.855	-0.503	0.067
Plazma	-0.009	0.984	0.048	0.919	0.461	0.097
Freze	-0.038	0.935	0.545	0.206	0.077	0.794
Asit	-0.267	0.563	-0.011	0.981	-0.053	0.857
Genel	0.282	0.101	0.209	0.228		

Çizelge.3.7. Bağlantı direnci ile pürüzlülük derecesi arasındaki ilişki ve anlamlılık düzeyi
a Bonferroni Düzeltmesine göre istatistiksel olarak anlamlı doğrusal ilişki görülmedi
($p>0.005$).

	Faz Dönüşümü					
	DC		YZ		Genel	
	<i>r</i>	<i>p</i>	<i>r</i>	<i>p</i>	<i>r</i>	<i>p</i>
Kontrol	-0.203	0.573	0.502	0.140	-0.316	0.174
Kumlama	0.194	0.592	0.396	0.258	-0.499	0.025 ^b
Plazma	0.264	0.462	0.218	0.546	0.493	0.027 ^b
Freze	-0.078	0.830	0.049	0.892	0.141	0.552
Asit	-0.228	0.526	-0.424	0.222	0.019	0.936
Genel	-0.382	0.006	0.258	0.070		

Çizelge.3.8. Bağlantı direnci ile faz dönüşümü arasındaki ilişki ve anlamlılık düzeyi
b Bonferroni Düzeltmesine göre istatistiksel olarak anlamlı doğrusal ilişki görülmedi ($p>0.01$).

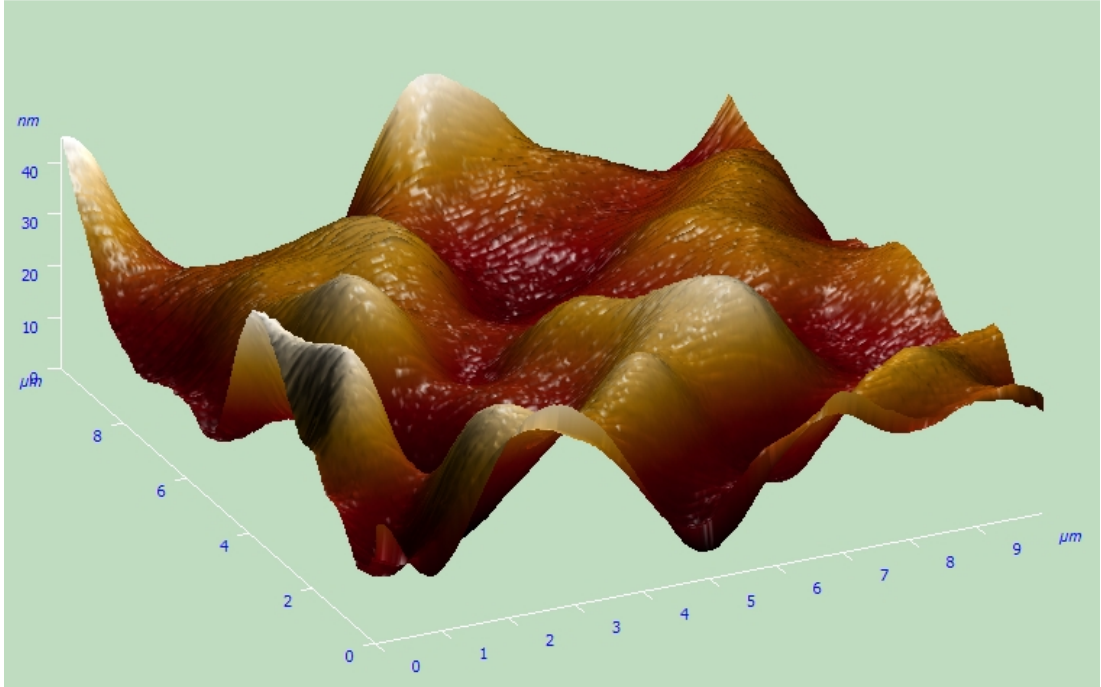
3.4. AFM Bulguları

AFM görüntülerinin elde edilmesinde her alt gruptan bir örneğin yüzeyi incelenmiştir.

3.4.1. DC Zirkonyum Oksit Örneklerde AFM Bulguları

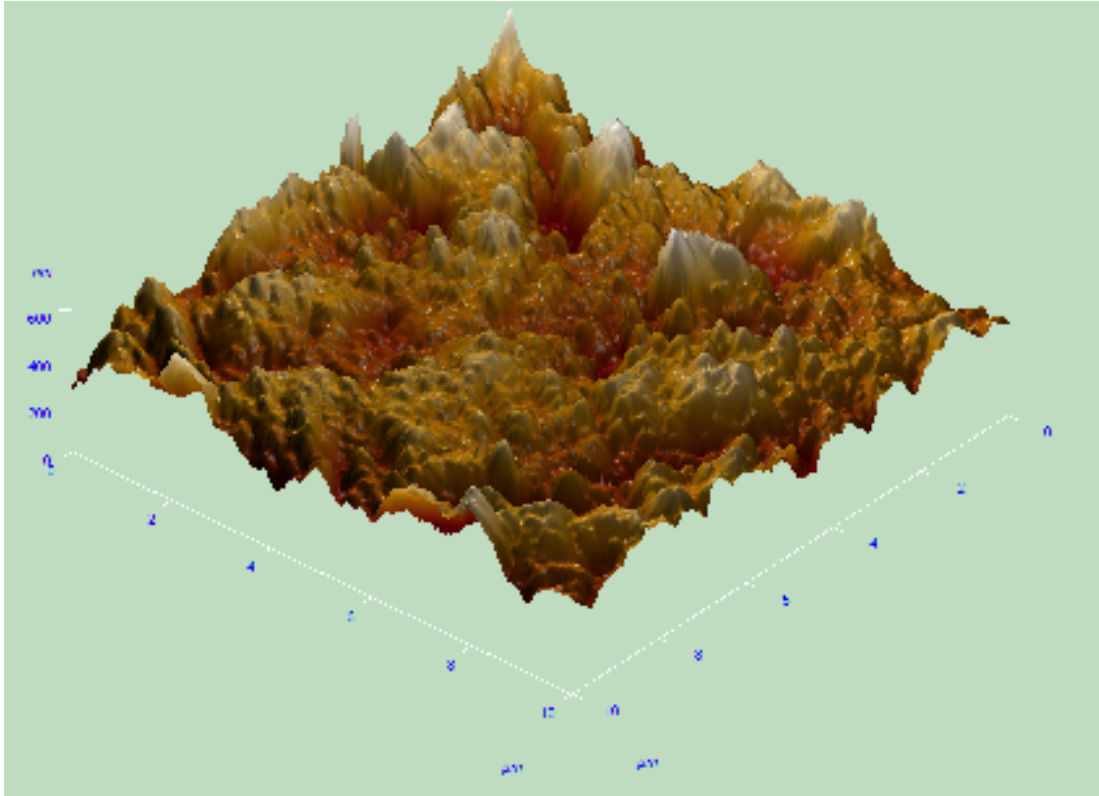
DC zirkonyum oksit örneklerinde, kontrol, kumlama, freze, asit, plazma işlemlerinden sonra alınan 3 boyutlu AFM görüntüleri ve yorumları aşağıdaki resimlerde sırasıyla verilmektedir.

DC zirkonyum oksit kontrol örneğin AFM görüntüsünde yüzey dümdüz değil dalgali bir halde görülmektedir. Yüzeydeki tepeler sadece 40 nm civarındadır. Tepeler ve vadiler sahaya, birbirine paralel değil, dağınık bir biçimde yerleşmiştir. Ra: 53.6 nm'dir (Şekil 3.14).



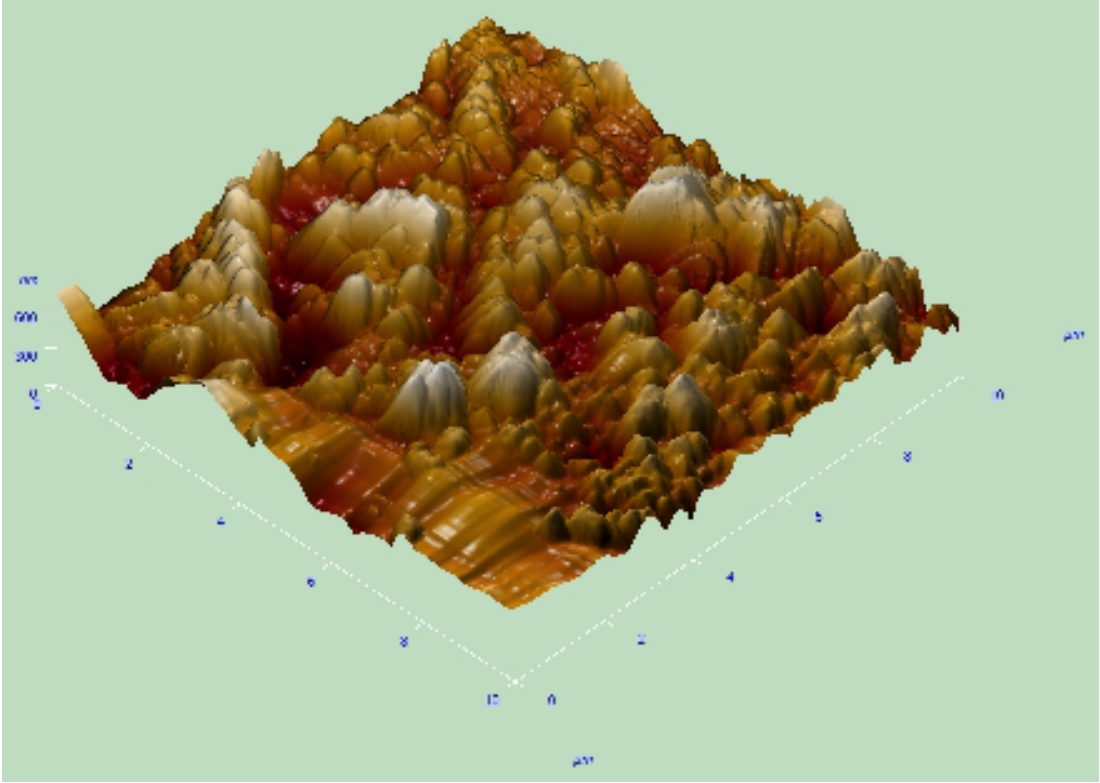
Şekil 3.14 DC zirkonyum oksit kontrol örneğin AFM görüntüsü

DC zirkonyum oksit kumlama örneğin AFM görüntüsünde küçük çapta ve yükseklikte sıkı sıkıya yerleşmiş tepeler ve pürüzlü bir yüzey görülmektedir. Ra 51.7 nm'dir (Şekil 3.15).

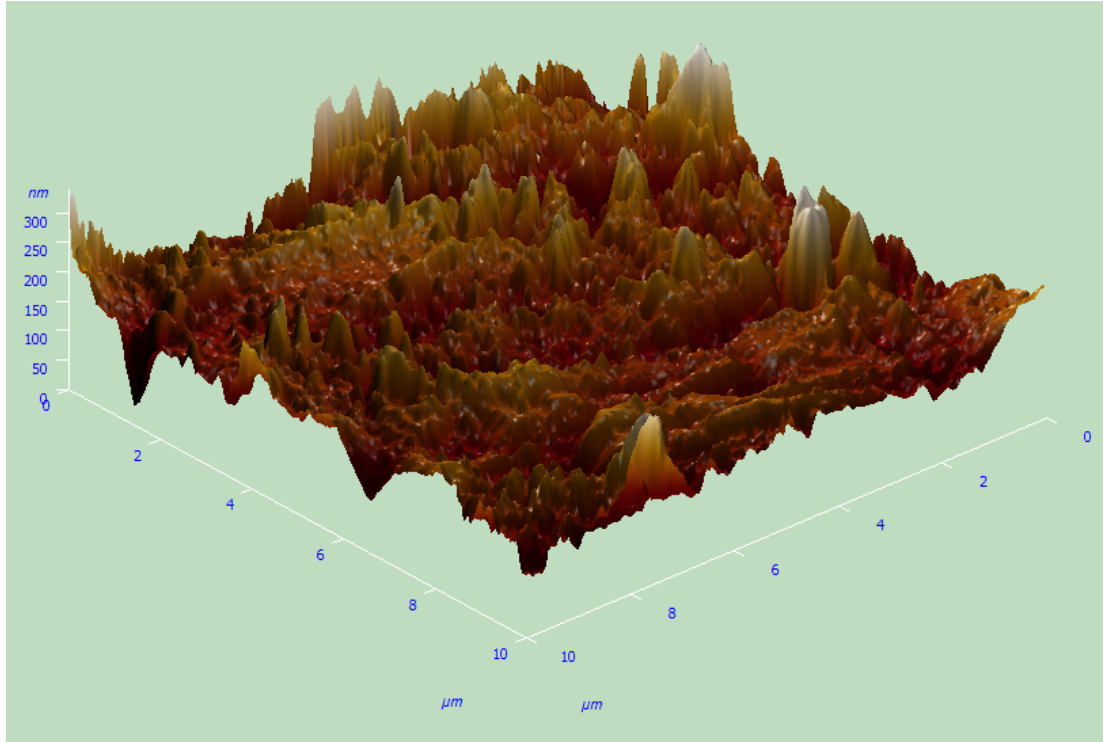


Şekil 3.15 DC zirkonyum oksit kumlama örneğın AFM görüntüsü

DC zirkonyum oksit freze örneğın AFM görüntüsünde, düzensizce, çok sayıda, farklı yüksekliklerde ve sıkı sıkıya yerleşmiş tepe oluşumları gözlemlenmektedir. Ra 75.1 nm'dir (Şekil 3.16).

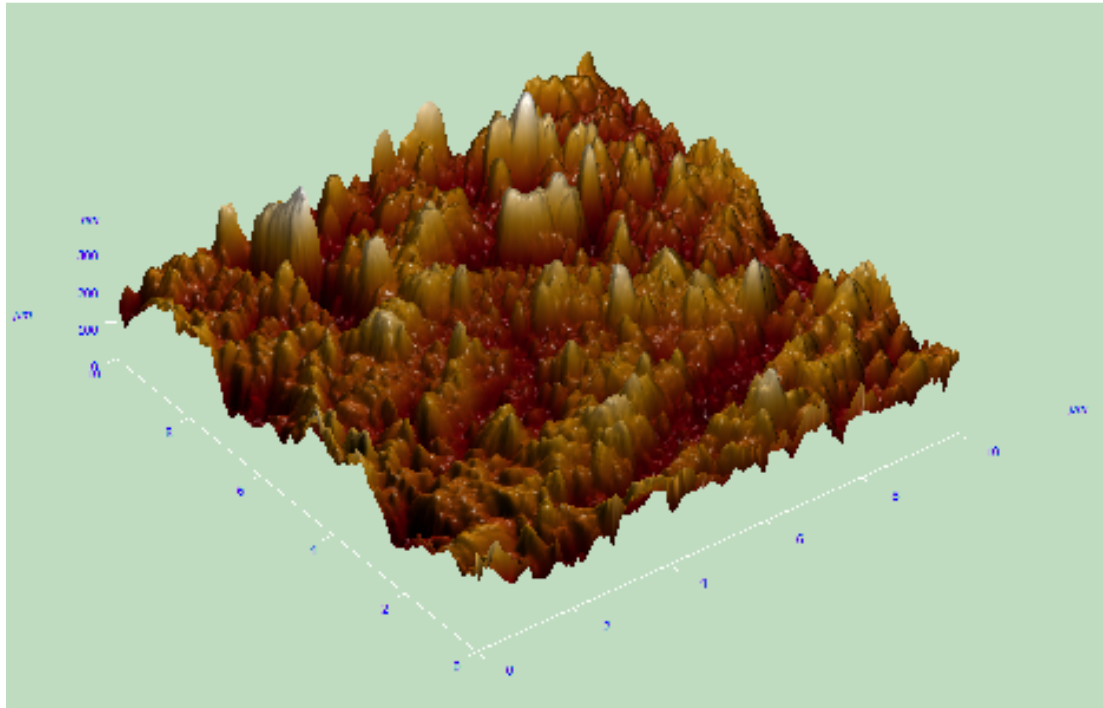


Şekil 3.16 DC zirkonyum oksit freze örneğın AFM görüntüsü
DC zirkonyum oksit asit örneğın AFM görüntüsünde, küçük tepeliklerin yanında düzensizce yerleşmiş yüksek tepeler mevcuttur. Tepelerin uzunluğu 300 nm yi aşmamaktadır. Ra 23.9 nm'dir (Şekil 3.17).



Şekil 3.17 DC zirkonyum oksit asit örneğın AFM görüntüsü

DC zirkonyum oksit plazma örneğın AFM görüntüsü yüzey özellikleri bakımından DC zirkonyum oksit asit örneğine benzemektedir. Ra 29.3 nm'dir (Şekil 3.18).

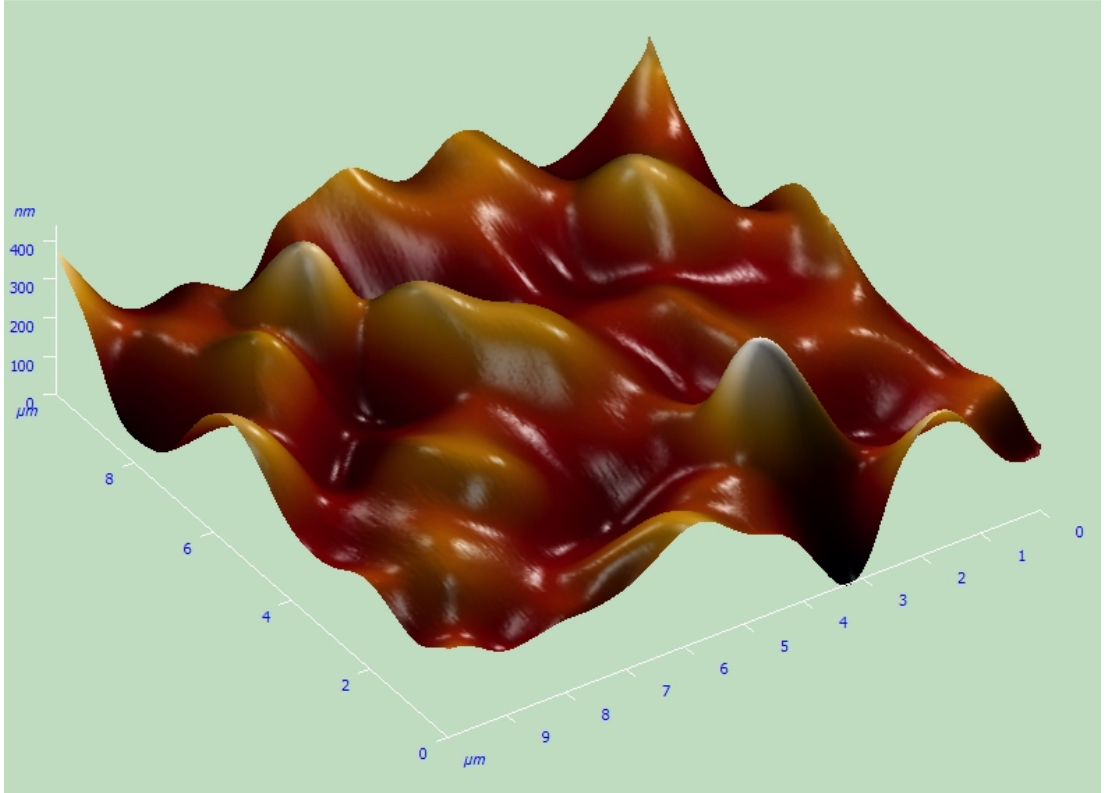


Şekil 3.18 DC zirkonyum oksit plazma örneğın AFM görüntüsü

3.4.2. YZ Zirkonyum Oksit Örneklerinde AFM Bulguları

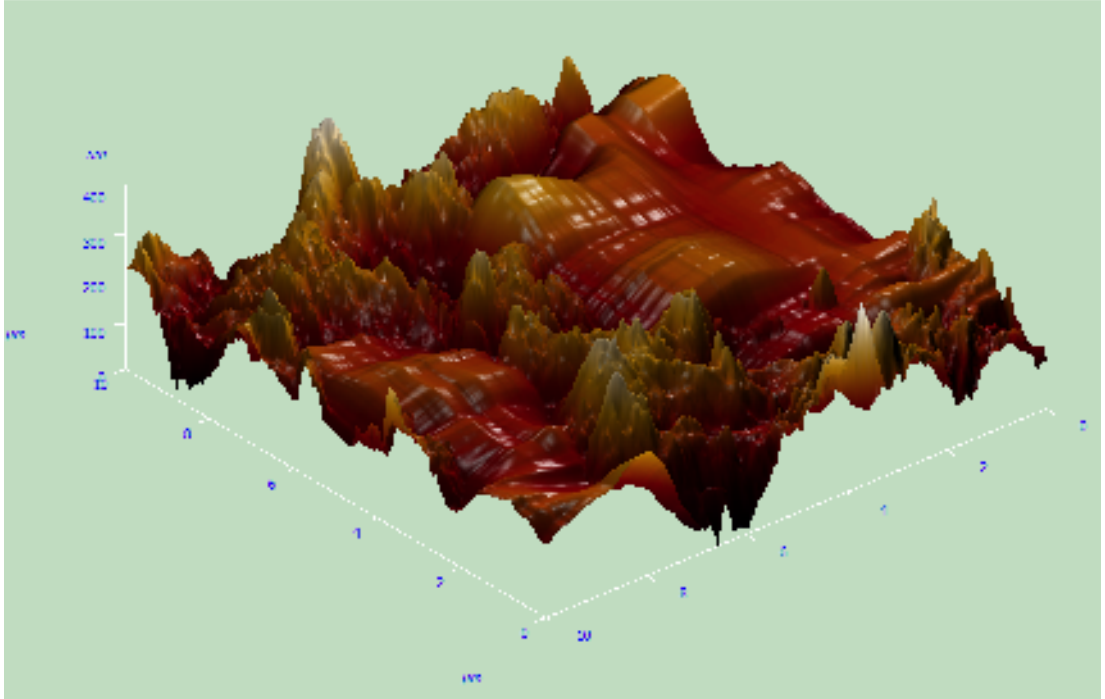
YZ zirkonyum oksit örneklerinde, kontrol, kumlama, freze, asit, plazma işlemlerinden sonra alınan 3 boyutlu AFM görüntüleri ve yorumları aşağıdaki resimlerde sırasıyla verilmektedir.

YZ zirkonyum oksit kontrol örneğin AFM görüntüsü yüzey özellikleri bakımından, DC kontrole benzemektedir. Yüzey dümdüz değildir, dalgalı bir görüntü izlenmektedir. Ra 39.2 nm'dir (Şekil 3.19).



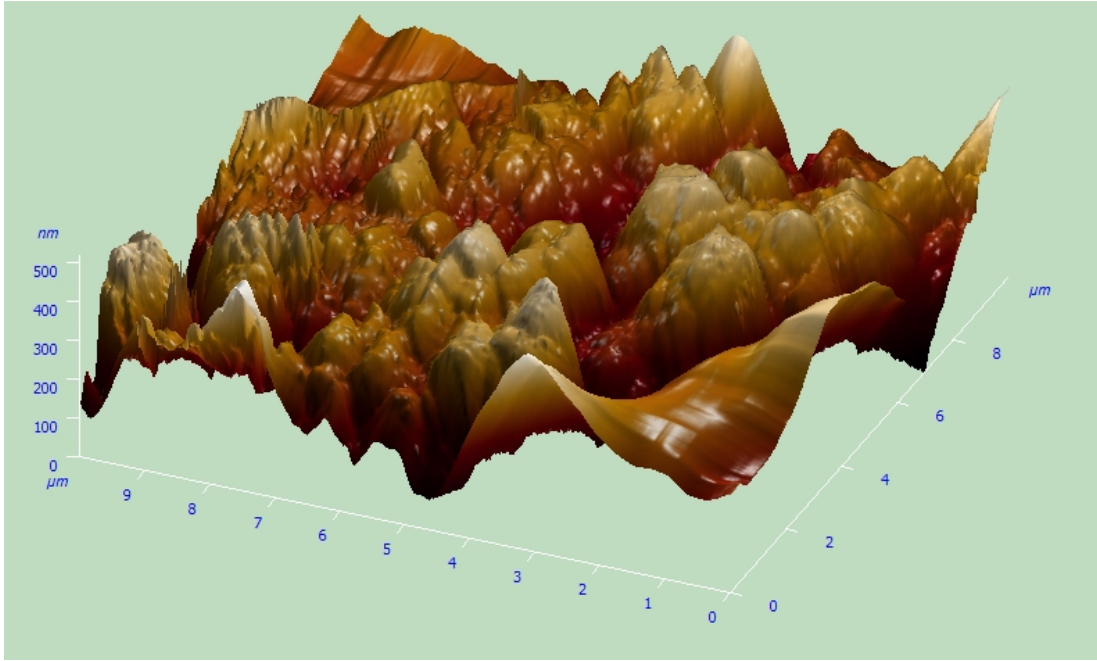
Şekil 3.19 YZ zirkonyum oksit kontrol örneğin AFM görüntüsü

YZ zirkonyum oksit kumlama örneğin AFM görüntüsünde yüzeyde pürüzsüz ve dümdüz kısımlar ile vadi ve tepelerin sık olduğu biçimsizce ve asimetrik yerleşmiş bölümler gözlemlenmektedir. Ra 32 nm'dir (Şekil 3.20).



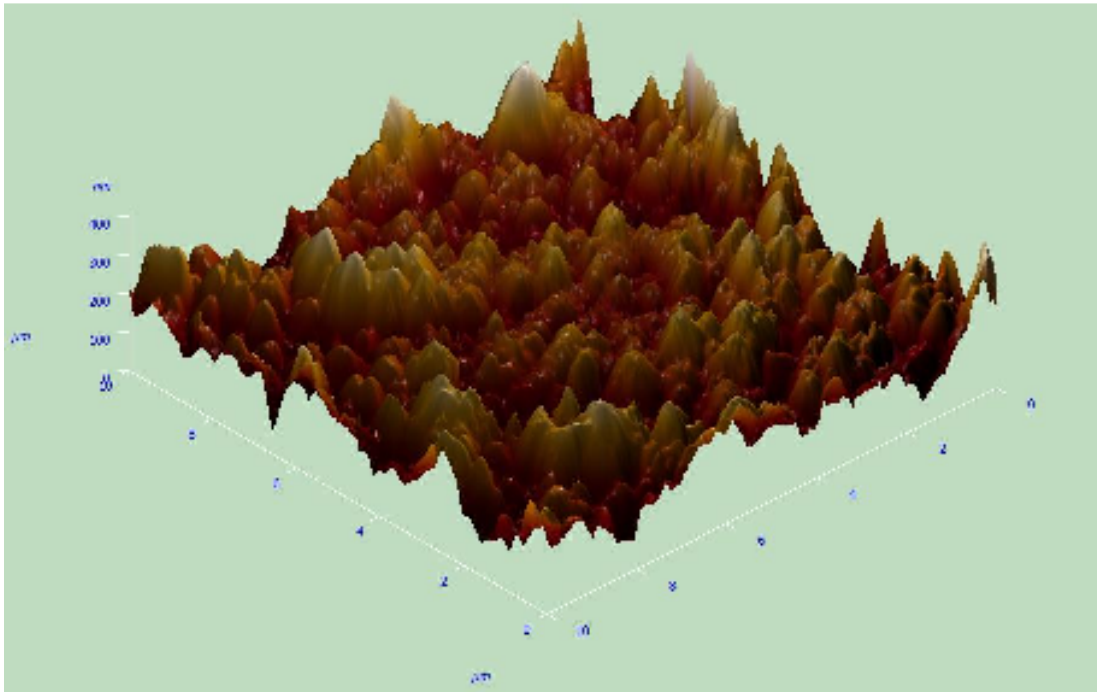
Şekil 3.20 YZ zirkonyum oksit kumlama örneğinin AFM görüntüsü

YZ zirkonyum oksit freze örneğinin AFM görüntüsü genel itibariyle YZ zirkonyum oksit kumlama örneğinin görüntüsüne benzemektedir. Tepelerin sayısı arttığı, düzlük alanların azaldığı izlenmektedir. Tepelerin yüksekliği 500 nm' ye ulaşmıştır. Ra 54.1 nm'dir (Şekil 3.21).



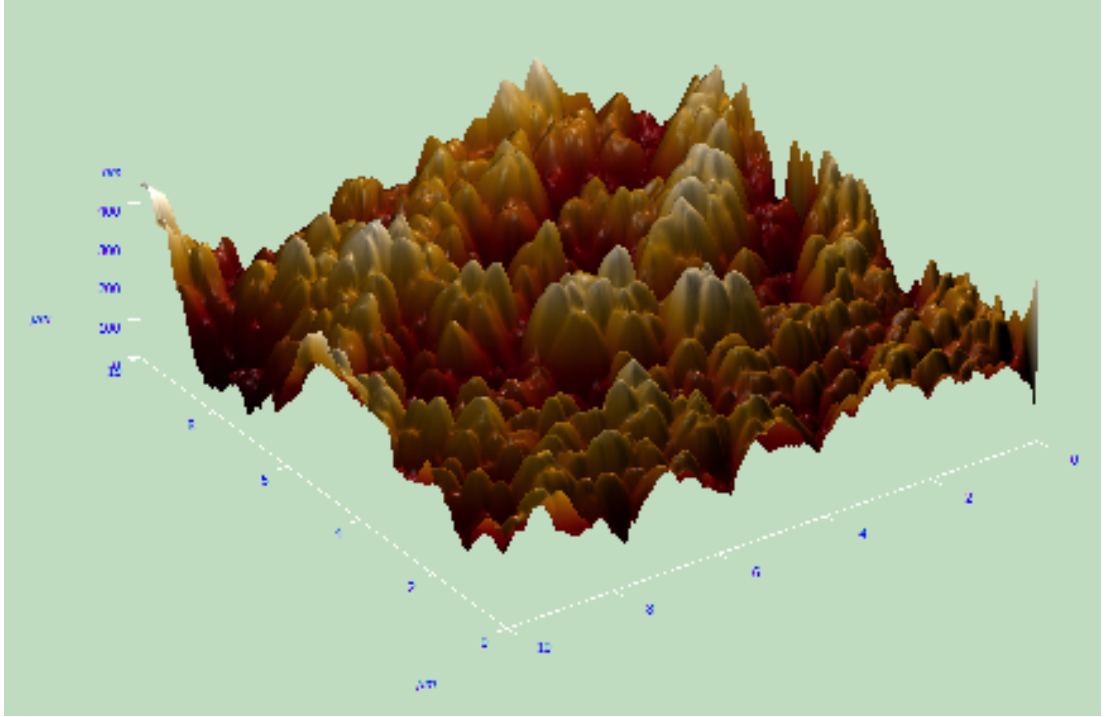
Şekil 3.21 YZ zirkonyum oksit freze örneğın AFM görüntüsü

YZ zirkonyum oksit asit örneğın AFM görüntüsü genel itibariyle DC frezeye benzemektedir. Tepecikler daha sivri ve daha düzenli görölmektedir. R_a 41.1'dir (Şekil 3.22).



Şekil 3.22 YZ zirkonyum oksit asit örneğın AFM görüntüsü

YZ zirkonyum oksit plazma örneğinin AFM görüntüsü YZ zirkonyum oksit asit örneğinin yüzey özelliklerine benzemektedir. Tepeler daha yuvarlak izlenmektedir. Ra 51.3 nm'dir (Şekil 3.23).



Şekil 3.23 YZ zirkonyum oksit plazma örneğinin AFM görüntüsü

4.TARTIŞMA

Dental restorasyonlardan beklenen estetik taleplerin fazla olması klinik olarak tam seramik restorasyonların kullanımlarını artırmıştır. Zirkonyum oksit esaslı altyapı materyallerinin geliştirilmesiyle, güçlü altyapı ve estetik üstyapı seramik kombinasyonları başarıyla kullanılmaya başlanmıştır. Zirkonyum oksit esaslı restorasyonların uzun dönemli fonksiyonel, biyolojik ve estetik gereksinimleri yerine getirebilmesi için, güçlendirilmiş altyapı ve estetik üstyapı seramik arasındaki bağlantının başarılı olması gerekmektedir (Fleming ve ark., 2004).

İki tabakalı restorasyonların uzun ömürlü olabilmesi için gerekli olan ideal şartları inceleyen çok çeşitli araştırmalar yapılmıştır (Kelly, 1995, Carrier ve Kelly, 1995, Pallis ve ark., 2004). Kelly (1995), In-ceram altyapılarla yapılan tam seramik restorasyonlarda gerçekleşen kırılmaların %70 -78 oranında altyapı ve üstyapı porselenlerinin bağlantı bölgesinden kaynaklandığını göstermiştir. Carrier ve Kelly (1995), tam seramik köprülerle ilgili yürüttükleri çalışmada başarısızlığın hem ara yüzeyden; hem de gerilim bölgelerinden kaynaklandığını ve kırık başlangıcının ara yüzeye dik gerçekleştiğini belirtmişlerdir. Başka bir çalışmada Pallis ve arkadaşları (2004) üç tam seramik sistemin kırılma dirençlerini araştırmışlar ve en fazla başarısızlık gösteren bölgelerin altyapı ve üstyapı porseleni ve altyapı ile yapıştırma simanı arasında olduğunu göstermişlerdir. DC-Zirkon tekniğinin 2 yıl süreyle klinik olarak gözlemlendiği başka bir çalışmada, Steyern ve arkadaşları (2005) altyapı materyali tasarımının, üstyapı porselenini destekleyecek şekilde yapılması gerektiğini vurgulamışlardır.

Luthardt ve arkadaşları (1999) zirkonyum oksit sistemlerdeki başarısızlığın çoğunlukla iki porselen ara yüzünde oluştuğunu belirtmişlerdir.

Zirkonyum oksit esaslı restorasyonların altyapı ve üstyapı porseleni ara yüzünde zirkonyum oksit monoklinik fazının bulunması ara yüzde mikro boşlukların oluşmasına sebep olabildiği bildirilmiştir (Guazzato, 2004). Guazzato ve arkadaşlarına (2004) göre zirkonyum oksitte meydana gelen faz dönüşümü, üstyapı porseleninde mikro çatlaklara sebep olan lokalize streslerin oluşumunu tetikleyebilir. Öte yandan zirkonyum oksit seramiklerde bulunan monoklinik fazın termal genişleme katsayısı $7.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, tetragonal fazın termal genişleme katsayısı $10.8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ değerlerinde olduğu bildirilmiştir (Fischer ve Stawarczyk, 2007). Bu sebeplerden dolayı, zirkonyum oksit seramiklerin yüzeyinde gerçekleşen t→m dönüşümünün altyapı ve üstyapı porselenleri arasındaki bağlantı direncini etkileyebileceği düşüncesindeyiz.

Gerçekleştirilen çalışmada DC ve YZ zirkonyum oksit seramiklerin farklı yüzey işlemleri ve sinterlenmeleriyle gerçekleşen faz dönüşüm miktarının tespitine ve bu miktarın zirkonyum oksit altyapı ve üstyapı porseleni arasındaki bağlantı direncine etkileri araştırılmıştır. Çalışmada, farklı yüzey işlemlerinin bağlantı direncine etkilerinin yanı sıra bu işlemler sonucu oluşan monoklinik faz miktarının ve yüzey pürüzlülüğünün altyapı ile üstyapı arasındaki bağlantı direncine etkileri karşılaştırmalı olarak değerlendirilmiştir.

Dental restorasyonlar için kullanılan prefabrike zirkonyum oksit seramik bloklar 2 şekilde işlenmektedir. Birinci yöntem yarı sinterlenmiş zirkonyum oksit bloklardan orijinal boyutundan büyük restorasyonun hazırlanması ve sinterlenme ile gerçekleşen büzülme sonucunda final restorasyonun orijinal boyuta dönmesi şeklindedir. Diğer yöntem ise restorasyonun tamamen sinterlenmiş prefabrike zirkonyum oksit blokların direkt olarak final boyutunda işlenmesidir. Her iki yöntemde farklı yoğunluklarda zirkonyum stabilize edici yitrium oksit bulunmaktadır. Yitrium gibi faz stabilize edicilerin eklenmesiyle zirkonyum oksit, oda sıcaklığında stabil kalabilmektedir (Hannink ve ark., 2000).

Materyal içerisinde bulunan stabilize edici ajanın miktarı ile materyalin gren boyutu arasında ilişki olduğu gösterilmiştir. Aynı zamanda bu iki değişkenin materyalin faz dönüşümüne etkisi olduğu, yüksek miktarlarda yitrium içeren materyalin faz dönüşümüne daha dirençli olduğu belirtilmektedir. Yitrium yoğunluğundaki düşüşün materyalin kararlılığını olumsuz yönde etkilediği, tetragonal zirkonyum oksit grenlerinin ısı ve çevresel koşullar altında daha kolay monoklinik faza dönüştüğü gösterilmiştir (Papanagiotou ve ark., 2006). Materyalin stabilizan içeriğiyle direnci arasındaki bağlantı faz içeriğindeki değişimlerle açıklanmıştır. % 3 mol Y_2O_3 içeren TZP materyalinde direncin en yüksek seviyede olduğu, Y_2O_3 içeriğinin azalmasıyla direncin de azaldığı rapor edilmiştir (Swain, 1985). Swain (1986), % 2 mol yitrium içeren Y-TZP seramiklerin gren boyutlarının materyalin dayanıklılık ve faz dönüşümü ile olan ilişkisini araştırdıkları çalışmada gren boyutunun materyalin dayanıklılığı ile çok yakından ilişkili olduğunu göstermiştir. Benzer şekilde, farklı zirkonyum oksit altyapı seramiklerin bağlantı dirençlerinin araştırıldığı çalışmada seramiğin, farklı gren boyutlarında farklı yüzeysel ve yapısal özelliklere sahip olduğu belirtilmiştir (Aboushelib ve ark., 2008).

Yürütülen çalışmada iki farklı yoğunlukta yitrium içeriğine sahip Y-TZP seramikleri kullanılmıştır. Bunlardan % 3 mol yitrium içeren Y-TZP'nin (YZ), 0.21 μm gren boyutuna, % 5 mol yitrium içeren Y-TZP'nin (DC) ise 0.28 μm gren boyutuna sahip oldukları bildirilmiştir (Guazzato ve ark., 2004).

Guazzato ve arkadaşları (2004) YZ ve DC materyallerinin direnç ve kırılma sertlikleri arasındaki farklılıkları stabilizan oksit içeriğine, gren boyutlarına, işleme aşamalarına ve bu faktörlerin tetragonal grenlerin kararlılığına olan etkisine bağlamışlardır.

Sunulan çalışmada farklı yüzdelerde stabilizan oksit ve gren boyutlarına sahip zirkonyum oksit seramik materyallerine (DC ve YZ) aynı yüzey işlemleri uygulanarak bağlantı direnci arasındaki fark gözlemlenmiş, yüzey işlemlerinin zirkonyum oksit seramiklerdeki faz dönüşümüne olan etkileri

değerlendirilmiştir. Çalışmada yüzey işlemleri için kumlama, aşındırma, asit uygulama ve plazma sprey yöntemleri kullanılmıştır. Kosmac ve arkadaşları, (2000) her bir yöntemin zirkonyum oksit seramikler üzerinde faz dönüşümünü sağlayıcı etkisi olduğunu ve bir örnek üzerinde farklı yöntemlerin sırayla uygulanması sonucunda alınan XRD ölçümlerinde, her zaman son uygulanan işlemin monoklinik faz değerlerinin geçerli olduğunu belirtmişlerdir. Bu bağlamda yürütülen çalışmada hazırlanan zirkonyum oksit örneklerde farklı yüzey işleme yöntemlerin etkinliği ayrı ayrı değerlendirilmiştir.

Tam seramik restorasyonların iç yüzeyinin kulanarak pürüzlendirilmesi rutin olarak uygulanan bir yöntemdir (Saygılı ve Şahmalı, 2003). Kumlama, simantasyon işleminden önce tam seramik restorasyonların mikromekanik retansiyonunu arttırmaktadır. Uygulanan kumlama işlemi seramiğin bükülme direncinde azalma veya artmaya sebep olmaktadır (Curtis ve ark., 2006).

Yüzey işlemlerinin zirkonyum oksitin direncine etkisi konusunda çelişkili sonuçlar bildirilmiştir (Zhang ve ark., 2004, Guazzato ve ark., 2005). Zhang ve arkadaşları (2004) kumlama işleminin zirkonyum oksitin direncini düşürdüğünü, Guazzato ve arkadaşları (2005) ise artırdığını belirtmişlerdir. Rapor edilen sonuçlar çelişkili olmasına rağmen, genel olarak yüzey işlemlerinin mekanik özellikler etkilediği ifade edilmiştir.

Kosmac ve arkadaşları (2000, 2008), kumlama işleminin aşındırma işlemiyle oluşan çatlakları uzaklaştırabildiği, aynı zamanda materyalin direncini artıran yüzey sıkıştırıcı tabaka oluşturduğunu bildirmişlerdir. Wang ve arkadaşları (2008) 50 µm Al₂O₃ ile kumlama sonucunda zirkonyum oksit porselenin direncinde artma, 120 µm Al₂O₃ ile kumlama sonucunda ise dirençte azalma olduğunu gözlemlemişlerdir. Porselen direncindeki artışın sebebini kumlama işlemiyle yüzeydeki zayıf grenlerin ve aşındırma sonucu oluşan çizgilerin uzaklaştırılmasına, aynı zamanda yüzeyde oluşan faz dönüşümüne bağlı olduğunu belirtmişlerdir. Curtis ve arkadaşları (2006), yüzey şekillendirme tekniklerinin Y-TZP seramiklerin yüzey pürüzlülüğüne olan

etkilerini arařtırdıkları alıřmada alüminyum partiküllerinin boyutundaki artışın, yüzey pürüzlülüğünde düşüře sebep olduğunu göstermişlerdir.

Sunulan alıřmada, yüzey faz dönüşümünü etkili bir şekilde gerçekleřtirmek amacı ile DC ve YZ zirkonyum oksit porselenlerinden birer grup örnek yalnızca kumlama işleme tabi tutulmuřtur. Arařtırmada 50 µm Al₂O₃ partiküllerinin kullanılmasının sebebi, hem materyal yüzeyinde etkili bir şekilde faz dönüşümünü gerçekleřtirmek hem de pürüzlü bir yüzey oluřturmaadır.

Tam sinterlenmiş Y-TZP seramiklerin aşındırılması materyalin mikro yapısına zarar vermektedir (Luthardt ve ark.,2004). Aşındırma işlemleri sırasında frezin yüzeyden tek bir geiřiyle materyalden onlarca mikrometre partikül uzaklařtırılmaktadır (Kosmac ve ark., 2007). Blue ve arkadaşları (2003) Y-TZP materyalinin aşındırılması sırasında uzaklařtırılan partikül miktarının kumlama işleminde uzaklařtırılan partikül miktarından daha az olduğunu göstermişlerdir. Yin ve arkadaşları (2003) materyalin uzaklařtırılmasında kalın grenli frezlerin ince grenli frezlerden daha etkili olduğunu belirtmişlerdir. Benzer şekilde Curtis ve arkadaşları (2006) kalın grenli frezlerin pürüzlü yüzey oluřturmada ince grenli frezlerden daha etkili olduğunu bildirmişlerdir. Ayrıca Kou ve arkadaşları (2006) ince grenli frezlerin Y-TZP seramiklerde aşındırma işleminden sonra pürüzsüz yüzey meydana getirdiğini göstermişlerdir. Yürütölen alıřmada daha pürüzlü bir yüzey oluřturduđu bilinen kalın grenli bir frez kullanımı tercih edilmiştir. Böylece en pürüzlü yüzeyler freze işleminin sonucu elde edilen örneklerde olmuřtur.

Aşındırma işleminin kuru ve su soğutmalı olmak üzere iki farklı şekilde gerçekleştirilebilir. Kuru ortamlarda gerçekleştirilen aşındırma işleminde, stresin ve ısı artışının yüksek olduğunu gösteren yoğun kıvılcımlar oluřmaktadır. Yüksek ısı artışı materyalde tersine faz dönüşümüne neden olmaktadır (Swain ve Hannink, 1989). Suyun eşlik ettiđi aşındırma işleminde ise, ısı artışı ve kıvılcımlar gözlemlenmemektedir. Bununla birlikte suyla

yapılan aşındırma işleminde oluşan olukların derinliği ve oluşan debris miktarı azalmaktadır (Kosmac ve ark., 2007).

Bu bağlamda gerçekleştirilen çalışmada, oluşacak faz miktarını etkilediği bilinen fazla ısı artışı oluşumunu engellemek amacı ile suyla aşındırma yöntemi tercih edilmiştir.

Silisyum oksit içeriği azalmış veya hiç olmayan In-Ceram Alumina (%85 Alümina), Procera All Ceram (%99 Alümina), DC Zirkon gibi seramikler asitlere karşı dirençlidirler. Feldspatik seramiklerde başarılı dağlama yapabilen HF bu tip porselenler üzerinde etkisizdir (Kern ve Thompson, 1995). HF ile pürüzlendirme işlemi sadece cam içeriği olan yüzeyler için önerilmektedir (Derand ve Derand, 2000). Kosmac ve arkadaşları (2000) Y-TZP seramiklerin asidik ortama alkalın ortamdan daha duyarlı olduğunu belirtmişlerdir. Aynı çalışmada Y-TZP seramikleri % 4'lük asidik asit solüsyonunda 16 saat bekleterek, önemli miktarda tetragonal zirkonyumun monoklinik zirkonyuma dönüştüğünü belirtmişlerdir.

Yürütülen çalışmada zirkonyum oksit seramiğin hem faz dönüşümünü gerçekleştirmesi, hem de pürüzlülüğünü artırması amacıyla kimyasal etkili asidik asit kullanılmıştır.

Seramik yüzeylerin plazma spreye tabi tutulması, güçlendirilmiş seramiklerin rezin simanlarla bağlantısının artırılmasında kullanılabilen bir yöntemdir. Fakat bu yöntemde bağlantıyı sağlayan asıl etken tam olarak anlaşılammıştır (Derand, 2005).

Bugüne kadar altyapı ve üstyapı porselenlerinin bağlantı direncinin incelendiği ve zirkonyum oksit altyapı porselenine, yüzey işlemlerinin uygulandığı çalışmalarda, plazma spre uygulaması yapılmamıştır. Sunulan çalışmada DC ve YZ seramikler plazma spreye tabi tutularak seramiklerdeki faz dönüşümü ve üstyapı porselenle bağlantı miktarını gözlemlenmiştir.

Çalışmada örneklerin yüzeylerine farklı yüzey işlemleri gerçekleştirilmeden önce ve sonra faz dönüşümünün tespit edilmesi için XRD kullanılmıştır. Bu teknik, XRD ile ölçülen monoklinik içeriğin % 5'den az olduğu durumlarda ve faz dönüşümünün ilk aşamalarında zayıf hassasiyet göstermektedir. Fakat kullanımının basit olması zirkonyum oksit faz dönüşümünün incelenmesinde ilk adım olarak dikkate alınmaktadır. X ray difraktometre sonuçları, çeşitli yüzey işlemleri sonucunda meydana gelen faz dönüşümü miktarının hesaplanmasını sağlamaktadır (Curtis, 2006).

Yüzey işlemleri uygulanmadan önce yapılan XRD ölçümlerinde sinterlenmiş DC materyalinde, sinterlenmiş YZ materyaline oranla daha çok monoklinik faza rastlanmıştır. DC materyalinde monoklinik faz oranının fazla ölçülmesinin sebebi sinterlenmiş materyalin freze aşamasına tabi tutulması şeklinde açıklanabilir. Aynı sonuç, Guazzato ve arkadaşlarının (2004) tam seramik restorasyonların direnç, kırılma sertliği ve mikroyapılarını inceledikleri çalışmada da belirtilmiştir.

Yüzey işlemleri uygulandıktan sonra alınan ölçümlerde farklı yüzey işlemlerinin, materyallerin yüzeyinde farklı miktarlarda faz dönüşümüne sebep olduğu bulunmuştur. Her iki materyalde de en fazla faz dönüşümü kumlama uygulanmış gruplarda gözlemlenmiştir.

Kum taneciklerinin Y-TZP yüzeyine çarpması geniş eroziv aşınmalar ve yan kırıklarla karakterize belirgin hasarlara sebep olmaktadır. Fakat Guazzato ve arkadaşları (2005) yaptıkları çalışmanın sonucunda, kumlama kaynaklı kusurlara rağmen, kumlama işleminin örneklerin bükülme dayanıklılığını büyük miktarda artırdığını gözlemlemişlerdir. Bunun sebebini faz dönüşümüne uğramış monoklinik fazın, kumlama sonucunda oluşan direnç azalmasını önleyen sıkıştırıcı stres alanı oluşturduğu şeklinde açıklamışlardır. Aynı çalışmada örneklere ısı uygulanmasının, tersine faz dönüşümüne (m→t) ve sıkıştırıcı tabakanın çözünmesine neden olduğu ifade edilmiştir (Guazzato ve ark., 2005).

Kosmac ve arkadaşları (2000) aynı gözlemleri % 3 mol Y-TZP'nin bükülme direncini test ederken, kuılmadan sonra ve kuılmayı takiben 900 °C'de 1 saat yaşlandırma işlemleri sonucunda gözlemlemiştirlerdir. Bu çalışmada ısı işlemler altyapının porselenle kaplanmasını takiben fırınlama aşamasını taklit etmektedir. Guazzato ve arkadaşlarının (2005) çalışmalarındaki monoklinik faz miktarındaki azalma değerleri Kosmac ve arkadaşlarının (2000) yaptığı çalışmayı desteklemektedir. Kosmac ve arkadaşlarının araştırmasına göre bekleme süresi ne olursa olsun belirli bir ısıya ulaşıldığında tersine faz dönüşümü gerçekleşmektedir.

Sunulan çalışmada kuılma sırasında materyal yüzeyinden zirkonyum oksit partikülleri düzenli bir şekilde uzaklaşmış, işlem sırasında kıvılcım gözlemlenmemiştir. İşlem sırasında kıvılcım gözlemlenmemesi ısı artışının fazla olmadığını göstermektedir. Bu durum tersine faz dönüşümü gerçekleşmediği şeklinde yorumlanabilir. Mikroskobik incelemede kuılanmış örneklerin şiddetli hasara uğradığı ve deforme olduğu görülmüştür.

Çalışmada tüm örnekler içerisinde en fazla faz dönüşümü, kuılanmış örneklerde oluşmuştur. YZ kuılma örneklerinin monoklinik faz yüzdesi değeri diğer YZ örnek gruplarından, DC kuılma örneklerinin monoklinik faz yüzdesi değeri asit grubu hariç diğer DC gruplardan istatistiksel olarak farklı bulunmuştur. Benzer sonuç Curtis ve arkadaşlarının (2006) Y-TZP seramiklerin simantasyon bağlantılarını araştırdıkları çalışmasında, kuılma işleminin aşındırma işleminden daha fazla faz dönüşümüne neden olduğu bildirilmiştir (Curtis ve ark., 2006). Kuılma ve aşındırmanın zirkonyum oksit seramiklerdeki yaşlanmaya etkilerinin araştırıldığı farklı bir çalışmada Kosmac ve arkadaşları (2008), kuılmanın faz dönüşümünde aşındırmadan daha etkili olduğunu, aşındırma işlemi esnasında yüzeyde tersine faz dönüşümüne sebep olan aşırı ısınmanın gerçekleştiğini rapor etmişlerdir.

Freze işlemi kuılma işlemiyle kıyaslandığında materyalden daha fazla madde uzaklaştırması ve yüksek seviyelerde stres oluşturması bakımından,

daha etkili bir işlem olarak bilinmektedir (Sundh ve ark., 2005). Yapılan çalışmalarda Y-TZP seramiklerin aşındırılmasının bükülme direncinde ve kırılma sertliğinde artışa sebep olduğu gözlemlenmiştir (Green, 1983, Guazzato ve ark., 2000). Swain (1985), aşındırılmış Y-TZP seramiklerin fiziksel özelliklerinin güçlendirilmesinin, faz dönüşümü mekanizmasına ve yüzeyde sıkıştırıcı tabakanın oluşmasına bağlı olduğu ifade etmiştir.

Freze işlemi, materyalin yüzeyinde bükülme direncini artıran sıkıştırıcı streslerini ve direnç azalmasına neden olan yüzey kusurlarını oluşturmaktadır (Sundh ve ark., 2005). Yüksek hızda, 150 000 rpm' de geniş gren boyutlu elmas frezlerle yapılan çalışmalarda gözlemlenen düşük direnç ve monoklinik faz miktarının sebebi şu şekilde açıklanabilir: Aşındırma işlemi lokal olarak oluşan ısıya sebep olmuştur ve bu ısı, m→t tersine oluşan faz dönüşümünün olduğu ısı miktarını aşmıştır (Swain ve Hannink, 1989, Kosmac 2008).

Swain ve Hannink (1989) tarafından yürütülen çalışmada, 91µm gren boyutlu frezlerle, su soğutmalı ve 3300 rpm aşındırma şartları altında Y-TZP seramik aşındırılmıştır. Çalışmada oluşturulan ortamda düşük ısı oluşmuş ve monoklinik fazın bulunması sağlanmıştır.

Swain ve Hannink (1989), t→m faz dönüşümünün oluşturulmasında elle aşındırmanın, makineyle aşındırmadan daha etkili olduğunu belirtmişlerdir. Makineyle aşındırma işleminde oluşan lokal ısı, m→t dönüşüm ısını geçmektedir ki bu durum tersine m→t dönüşümüne sebep olmaktadır. Bu durumda, aşındırma ile oluşan derin defektler, dönüşümün neden olduğu sıkıştırıcı streslerce karşılanamaz ve seramiğin bükülme direncini düşürerek stres yoğunlaştırıcı gibi görev alırlar (Swain ve Hannink, 1989).

Çalışmada DC grupları arasında en düşük monoklinik faz yüzdesi freze örneklerinde görülmüştür. Freze edilmiş örneklerde ısınma oluşturmamak için örnekler, su soğutmalı ortamda yüzey işlemine tabi tutulmuştur. Fakat çalışılan frezin gren boyutunun büyük olması, su ile soğutmaya rağmen

yüzeyde ısınmaya ve örneklerde tersine faz dönüşümüne neden olmuştur. Elde edilen değer, diğer DC gruplarından istatistiksel olarak anlamlı düzeyde farklı bulgulanmıştır. Bu durum Swain ve Hannink'in Y-TZP seramikleri freze ederek faz dönüşümünü inceledikleri çalışmasıyla benzerlik göstermektedir (Swain ve Hannink, 1989).

YZ freze grubunda faz dönüşümünde bir miktar artış gerçekleşmiş, fakat kontrol grubuyla arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmamıştır. Bu sonuç, DC grubuna benzer şekilde, aşındırma sırasında oluşan lokal ısının, faz dönüşümünü engellediğini düşündürmektedir.

Guazzato ve arkadaşlarının (2005) yaptıkları çalışmada aşındırma işleminden sonra ölçülen monoklinik faz miktarı, kumlama sonucu ölçülen değerden daha az olarak rapor edilmiştir. Benzer sonuç Kosmac ve arkadaşları (1999) tarafından tespit edilmiş, kumlamanın t→m dönüşümünde aşındırmadan daha etkili olduğu ifade edilmiştir. Çalışmada kumlama sonucu elde edilen faz dönüşüm miktarı, aşındırma sonucu elde edilen değerlerden daha fazladır ve bu sonuç diğer çalışmaları destekler niteliktedir (Kosmac, 1999, Guazzato, 2005).

Yürütülen çalışmada asitle yaşlandırma işleminden sonra DC asit grubunda kristal yapıda faz dönüşümüne ve seramik yüzeyinde küçük yükseltilere rastlanmıştır. DC asit grubu için gerçekleşen faz dönüşümü değerlendirildiğinde kumlama grubu dışında tüm gruplarla istatistiksel olarak anlamlı fark bulgulanmamıştır. YZ asit grubunda ise monoklinik fazda bir miktar düşüş olmuştur ve YZ plazma hariç tüm gruplar arasındaki fark anlamlı bulunmuştur.

Kosmac ve arkadaşları (2000) farklı gren boyutuna sahip zirkonyum oksit seramikleri % 4'lük asit solusyonunda yaşlandırdıkları çalışmada kalın grenli zirkonyum oksit seramiğin yüzeyinde ince grenli zirkonyum oksite oranla daha fazla monoklinik fazın bulunduğunu belirtmişlerdir. Ardlin'in (2002)

zirkonyum oksit seramiklerin dönüşüm sertliğini incelediği çalışmada, tetragonal fazdan monoklinik faza olan dönüşümün kullanılan yaşlandırma protokolünün, Y-TZP'nin niteliği ve içeriği ile ilişkili olduğu belirtilmiştir. Bu çalışmalara benzer şekilde yapılan çalışmada gren boyutunun daha büyük olduğu bilinen DC asit grubunda, YZ asit grubundan daha fazla faz dönüşümü değeri tespit edilmiştir.

DC plazma örnekler kontrol grubuyla karşılaştırıldığında, istatistiksel olarak farklılık yaratmayan bir miktar faz dönüşümü gerçekleştirmiştir. YZ plazma örneklerde monoklinik fazda, asit grubu haricinde, tüm gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık yaratacak düzeyde azalma gözlemlenmiştir.

Çalışmada yapılan plazma uygulaması, DC ve YZ örneklerin monoklinik faz oranında farklılık oluşturmamıştır. Kontrol grubu örneklerine göre DC grubunda biraz artış, YZ grubunda bir miktar azalma gözlemlenmiştir. Bu azalmanın YZ grubunda oluşan tersine faz dönüşümünden kaynaklandığı düşünülmektedir.

Çalışmada DC ve YZ materyallerinde uygulanan yüzey işlemlerinin faz dönüşümüne etkileri karşılaştırıldığında tüm gruplarda farklılık istatistiksel olarak anlamlı bulunmuştur. Bu sonuç, seramiklerin gren boyutu ve yitrium içeriklerindeki farklılıklardan kaynaklandığı görüşü ile açıklanabilir.

Günümüzde yaşlanmanın seramik materyallerin yüzey bozulmasına etkisinin araştırılmasında SEM (Scanning electron microscopy) kullanılmaktadır (Bourauel, 1998). SEM incelenmelerinde özellikle çapraz kesitlerde, incelenecek yüzeyi değiştirecek özel preparasyona gereksinim duyulmaktadır. Örneklerin preparasyonu sırasında mikroçatlak bölgeleri büyük miktarlarda ayrılmalara sebep olmaktadır (Chevalier, 2006). Öte yandan Chevalier (2006) SEM'in dikey çözünürlüğünün az olduğunu ve faz

dönüşümünün ilk aşamalarının incelenmesinde yetersiz bulunduğunu rapor etmişlerdir.

Bourauel ve arkadaşları (1998) AFM ile yüzeyin görüntüsüyle ilgili 3 boyutlu bilgi sağlanabileceğini, SEM'e göre daha detaylı yüzey topografi görüntüleri elde edilebileceğini belirtmişlerdir. Yüzey pürüzlülüğünün belirlenmesinde sıklıkla kullanılan profilometre yönteminde ise 2 boyutlu tarama işlemi uygulanmaktadır ve çizgisel pürüzlülük belirlenebilmektedir (Bourauel ve ark.,1998).

Hegedüs ve arkadaşları (1999) AFM'nin minimal örnek hazırlığı gerektirmesi ve sadece X, Y eksenlerinde değil Z ekseninde de yüzey taraması yapabilmesi gibi özelliklerini SEM'e olan üstünlükleri olarak açıklamışlardır. SEM incelemeleri için gerekli olan şartların sağlanması sonucunda doğal örnek yapısının bozulabileceğini ayrıca AFM için inceleme koşullarının daha doğal olduğunu belirtmişlerdir. Bu fark özellikle biyolojik örneklerin incelenmesinde önem kazanmaktadır (Hegedüs ve ark., 1999).

Gerçekleştirilen çalışmada, yüzey topografyasının incelenmesi amacı ile AFM tercih edilmiştir. AFM' de taranan alanın çok küçük olması sebebiyle yüzey pürüzlülüğünün tespitinde daha ayrıntılı veriler elde etmek amacı ile doğrusal olarak tüm yüzeyi tarayan profilometre kullanılmıştır.

YZ ve DC materyallerinin farklı üretim teknikleri sebebiyle başlangıçta ölçülen pürüzlülük değerleri farklı bulunmuştur. Yumuşak bir materyal olan yarı sinterlenmiş bloklardan üretilen YZ materyelinin işlenmesi tam sinterlenmiş silindirden üretilen DC materyalinden daha kolaydır ve YZ 'nin Ra değeri daha azdır. Çalışmada üretim işlemlerine sadık kalmak amacıyla örneklere polisaj işlemi yapılmamıştır.

DC grupları arasında en fazla pürüzlülük değerine sahip olan yöntem frezedir ve bu grup için Ra değeri tüm gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı fark

yaratacak düzeyde fazladır. YZ grupları arasında da en fazla pürüzlülük değerine freze yöntemi sahiptir ve tüm gruplar arasında benzer şekilde istatistiksel olarak anlamlı fark saptanmıştır.

Kou ve arkadaşları (2006) freze ve polisajlama işlemlerinden sonra 5 farklı seramiğin yüzey pürüzlülüklerini inceledikleri çalışmada, yüzey pürüzlülüğünün aşındırma işleminde polisajlama işleminden daha fazla olduğu belirtmişlerdir (Kou ve ark., 2006).

Kumlanma işlemi Y-TZP seramiklerin yüzeylerinde belirgin bir pürüzlülüğe sebep olmaktadır. Kern ve Wegner'in (1998) yaptıkları çalışma sonuçlarına göre metallerle kıyaslandığında zirkonyum oksit seramiklerde daha minimal ve sınırlı undercutlar rapor edilmektedir. Araştırmada AFM ile incelenen DC kumlanmış örneklerde küçük çapta ve yükseklikte sıkı sıkıya yerleşmiş tepeler ve pürüzlü bir yüzey, YZ kumlama örneklerde ise pürüzlü ve yer yer düzlük alanlar gözlemlenmektedir. Kumlanmış örneklerde görülen farklı yüzey topografyaların sebebinin incelenen alanın çok küçük olmasından kaynaklandığı düşüncesindeyiz.

Çalışmada DC kumlama ve plazma gruplarının Ra değerlerinde bir miktar artış gözlemlenirken birlikte kontrol grubuyla aralarındaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmamıştır. YZ kumlama grubunda ölçülen Ra değeri diğer gruplarla karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı fark saptanmıştır.

Seramik restorasyonların iç yüzeyleri simantasyon işlemi için genellikle asitle pürüzlendirilir. (Webber ve ark., 2003). Çalışmada DC ve YZ gruplarında asidik asitin kullanılmasıyla Ra değerlerinde bir miktar artış görülmüştür. Benzer şekilde DC grubundaki artış kontrol grubuyla kıyaslandığında istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmıştır.

DC grubunda asitle yaşlandırılan örneklerde Ra değerinin artması ve AFM görüntüsünde ufak tepelere rastlanması yaşlandırma işlemi sırasında tetragonal grenlerin daha hacimli monoklinik yapıya dönüşümüyle açıklanabilir. Farklı çalışmalarda Y-TZP seramiklerin sıcak suda yaşlandırılmalarıyla yapısal faz dönüşümleri oluşmuş ve mikroçatlakların hem varlığının hem de yokluğunun izlendiği sonuçlar elde edilmiştir (Shimizu, 1993, Sato ve Shimada, 1985). Bu çalışmada % 4'lük asidik asidin kullanılmasıyla faz dönüşüm mekanizması etkilenmiş ve yüzeyde tepecikler oluşmuş olabileceği düşünülmektedir.

DC ve YZ plazma gruplarında Ra ölçümleri değerlendirildiğinde bir miktar artış gerçekleşmiş fakat kontrol grubuyla arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmamıştır.

İki tabakalı tam seramik restorasyonların klinik ömrü, materyaller arasındaki iç direnç, uygulanan stresler ve yapısal kusurların dağılımıyla yakından ilişkilidir (Tinschert, 2000). İki tabakalı sistemlerin stres dağılımları tek materyalli restorasyonlardan daha karmaşıktır ve bağlantı dirençlerinin araştırılmasında microtensile testi, çekme testi ve makaslama bağlantı testi gibi test metotları geliştirilmiştir (Aboushelib, 2007). Farklı test metotları farklı bağlantı değerlerini ortaya koymaktadır. Aboushelib ve arkadaşlarının (2006) zirkonyum oksit altyapı ve üstyapı porselenlerinin bağlantı direncini mikro gerilim bağlantı testi ile inceledikleri çalışmada, kullanılan üstyapı porseleninin gerilim direncinin 25,0 ile 48,8 MPa değerleri arasında değiştiği bildirilmiştir. Farklı bir çalışmada çekme test metodu kullanılarak zirkonyum oksit altyapı ve üstyapı porselenlerinin arasındaki bağlantı değerleri 786-794 MPa arasında rapor edilmiştir (White ve ark., 1994). Yürütülen çalışmada, uygulaması kolay ve hızlı sonuç alınabilen makaslama bağlantı testi tercih edilmiş ve zirkonyum oksit altyapı ile üstyapı porselenlerinin arasındaki bağlantı değerleri 8,53-14,23 MPa arasında bulunmuştur. Çalışmalar sonucunda bulguların bağlantı değerlerindeki farklılıkların sebebinin,

materyallerin mekaniksel özellikleri, şekil ve kalınlık farklılıkları, ya da tercih edilen test metoduna bağlı olabileceği düşüncesindeyiz.

Tam seramik sistemlerdeki altyapı ve üstyapı porselenleri arasındaki makaslama bağlantı direnci değerlerinin Dünder ve arkadaşları (2005) 23-41 MPa, Al-Dohan ve arkadaşları (2004) 22-31 MPa olduğunu belirtmişlerdir. Al-Dohan ve arkadaşları (2004) Empress 2/Eris, Procera All Zirkon/CZR ve DC-Zirkon/Vita D seramiklerinin altyapı ve üstyapı porselen bağlantı dirençleri arasında anlamlı bir fark bulunmadığını bildirmişlerdir.

Guess ve arkadaşları (2008) farklı zirkonyum oksit altyapı materyalleri ve üstyapı seramikleri arasındaki bağlantı direncini makaslama bağlantı testi ile inceledikleri çalışmalarında, bağlantı miktarının 9,4-12,5 MPa arasında değiştiğini ve üstyapı seramikler arasında bağlantı direnci bakımından istatistiksel olarak fark bulunmadığını belirtmişlerdir. Aynı çalışmada metal-seramik bağlantı direncinin 26,5 MPa değerinde olduğu gösterilmiştir. Sunulan çalışmada elde edilen sonuçlar Guess ve arkadaşlarının yaptıkları (2008) çalışmayı destekler niteliktedir.

Y-TZP seramiklerin bağlantı direncinin metal seramik sistemlerden belirgin bir şekilde düşük olmasının metal ve zirkonyum oksit materyallerinin üstyapı seramiklerle olan farklı bağlanma mekanizmalarından kaynaklandığı düşüncesindeyiz. Metal seramik ara yüzünde mekaniksel faktörlerin yanı sıra kimyasal bağlanma da rol oynamaktadır (Schweitzer, 2005). Üstyapı seramiğin Y-TZP materyali ile olan bağlanma mekanizması tam olarak anlaşılacakla birlikte termal genleşme katsayısının önemi vurgulanmaktadır (Guess ve ark., 2008).

Altyapı ve üstyapı materyallerinin termal genleşme katsayıları başarılı birleşiminin sağlanması için önemli bir faktördür. Üstyapı materyalinin termal genleşme katsayısının altyapı materyalinden yüksek olduğu durumlarda altyapı materyali bağlantı bölgesinden ayrılmakta ve mikro kırıklar

oluşmaktadır (Aboushelib ve ark., 2005). Altyapı ve üstyapı porselenleri arasındaki reziduel streslerin azaltılabilmesi için, birbiriyle uyumlu termal genişleme katsayılarına sahip seramikler kullanılmalıdır (Guess, 2008).

Çalışmada zirkonyum oksit altyapı porseleni ile üstyapı materyali arasında en yüksek bağlantı direnci, DC freze örneklerde bulgulanmıştır. Fakat bu değer diğer gruplarla karşılaştırıldığında fark istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır. Öte yandan DC asit ve kumlama örneklerinde bağlantı direncinde azalma gözlenmiş ancak diğer gruplarla arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık saptanmamıştır.

YZ örneklerine uygulanan tüm yüzey işlemler sonucunda freze grubunun bağlantı direncinde bir miktar artış gözlemlenmiş, fakat kontrol grubuyla arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulgulanmamıştır. Kumlama, asit, plazma yüzey işlemleri altyapı ve üstyapı seramiklerinin bağlantı direncinde kontrol grubuna göre bir miktar azalmaya sebep olmuştur, en fazla azalma plazma grubunda saptanmıştır.

YZ ve DC freze gruplarındaki yüzey pürüzlülük miktarının yüksek olması nedeniyle bağlantı direnci değerlerinde artış meydana geldiği düşünülebilir. Fakat yapılan çalışmada pürüzlülük miktarının, bağlantı direncine etkili olmadığı istatistiksel olarak tespit edilmiştir.

Fischer ve arkadaşları (2008), zirkonyum oksit altyapı materyali ile üstyapı porseleni arasındaki bağlantı direncini makaslama bağlantı testi ile değerlendirdikleri çalışmada, kumlama işlemiyle pürüzlendirilen zirkonyum oksit yüzeylerinin bağlantı direncine etkili olmadığını rapor etmişlerdir.

Derand ve arkadaşları (2005) dental rezin materyallerinin zirkonyum oksit seramiklere olan bağlantı direncini inceledikleri çalışmada, plazma sprey uygulanan örneklerin bağlantı direncinin arttığını belirtmişlerdir. Plazma sprey uygulaması Derand ve arkadaşlarına (2005) göre rezin simanların bağlantı

direncini kuvvetlendirirken, sunulan çalışmanın sonuçları değerlendirildiğinde zirkonyum oksit seramiğin üstyapı porseleniyle olan bağlantısının azaldığı görülmektedir.

Su ya da nemli ortamda faz dönüşümünün gerçekleştiği en kritik sıcaklık aralığı 200- 300°C olarak belirtilmiştir (Piconi ve ark., 1999). Üstyapı porseleninin uygulanması işlemi yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilmekte, işlem sırasında altyapı neme maruz kalmakta, yüzey işlemleriyle oluşan reziduel sıkıştırıcı tabaka çözünmekte ve YTZP seramiklerin mekanik özellikleri etkilenmektedir (Sundh ve ark., 2005, Sundh ve ark., 2006).

Sundh ve arkadaşlarının (2005) ısı uygulamasının zirkonyum oksit seramiklerin kırılma direncine etkisini araştırdıkları çalışmada, ısı uygulamasının kırılma direncini azalttığı bildirilmiş, hiçbir işlem uygulanmamış, sadece makinede işlenmiş örneklerin kırılmaya daha dirençli olduğu rapor edilmiştir. Kırılma direncindeki azalma 2 farklı şekilde açıklanmıştır. Birincisi makineyle işleme sırasında sıkıştırıcı tabaka oluşmakta fakat ısı uygulamaları kırılma direncini artıran stres tabakasının kaybolmasına sebep olmaktadır. Diğer etken ise ısı uygulamaları sırasında t→m dönüşmesi, gren boyutlarında değişiklik meydana gelmesidir (Sundh ve ark., 2005).

Deville ve arkadaşları (2005) yüzey bitirme işlemlerinin zirkonyum oksit seramiklerin yaşlanmasına etkilerini araştırdıkları çalışmada kaba parlatmanın zirkonyum oksit yüzeyinde yaşlanmaya dirençli sıkıştırıcı tabaka oluşturduğunu belirtmişlerdir. Aynı çalışmada 2 saat 1200°C' de ısıl işlem den geçen tüm yüzeylerin yaşlanmaya aynı derecede hassasiyet gösterdiği, reziduel streslerin çözüldüğü rapor edilmiştir (Deville ve ark., 2005).

Denry ve Holloway (2006), zirkonyum oksit içerikli dental seramiklerin aşındırma işlemi takiben mikroyapı ve kristalografik yüzey değişimlerini inceledikleri çalışmada aşındırma işlemi takiben ısı uygulamaları

sonucunda sıkıştırıcı yüzey tabakanın yok olduğunu bildirmişlerdir (Denry ve Holloway, 2006). Benzer şekilde farklı bir çalışmada Sato ve arkadaşları (2008) Y-TZP seramikleri kumlamaları sonucunda monoklinik faz miktarında artış olduğunu, öte yandan kumlamayı takip eden ısı uygulamalarının tersine faz dönüşümüne neden olduğunu rapor etmişlerdir.

Gerçekleştirilen çalışmada istatistiksel sonuçlar değerlendirildiğinde pürüzlülük derecesi ve faz dönüşümünün bağlantı direncine etkisi olmadığı görülmüştür. Bu sonuç fırınlama işlemi sırasında örneklerin ısıya maruz kalması, sıkıştırıcı tabakanın çözünmesi ve yüzeyde tersine faz dönüşümünün gerçekleşmesi şeklinde açıklanabilir.

5)SONUÇ VE ÖNERİLER:

Bu in vitro çalışmanın amacı, zirkonyum oksit porselenine uygulanan yüzey hazırlık işlemleri sonucunda gerçekleşen faz dönüşümü ve pürüzlülük değerlerinin zirkonyum oksit altyapı materyaliyle üstyapı porseleni arasındaki bağlantı direncine etkilerinin araştırılmasıdır. Çalışmanın deneysel koşulları çerçevesinde aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

1)Zirkonyum oksit seramiklere uygulanan yüzey işlemleri sonucunda en fazla t→m dönüşüm, kumlanmış örneklerde tespit edilmiştir. Makaslama bağlantı direnci testi değerlerine göre, kumlama işlemi sonucunda zirkonyum oksit materyalinde gözlemlenen yüksek monoklinik grenler, altyapı-üstyapı porselenleri arasındaki bağlantı direncine etkili olmamaktadır.

2) Uygulanan yüzey pürüzlendirme yöntemleri arasında en fazla pürüzlülük değerleri (Ra) freze gruplarında bulgulanmıştır. Freze gruplarında gözlemlenen yüksek Ra değerleri zirkonyum oksit altyapı-üstyapı porselenleri arasındaki bağlantı direncinde değişikliğe sebep olmamıştır. Bu nedenle zirkonyum oksit altyapı materyali ve üstyapı porseleni arasındaki bağlantı direncinin artırılması için yüzey pürüzlendirme işlemlerinin uygulanmasına gerek olmadığı düşüncesindeyiz.

3) Yarı sinterlenmiş (YZ) ve tam sinterlenmiş (DC) zirkonyum oksit altyapı ve üstyapı porselenleri arasındaki bağlantı direnci testi sonuçlarına göre iki materyal arasında istatistiksel olarak anlamlı sonuç bulunmamıştır. Materyalin yitrium içeriğinin bağlantı direncine etkisi bulunmadığı gözlemlenmiştir. Bu sonuca göre sistemler arasında fark olmadığı düşünülmektedir.

ÖZET

Zirkonyum oksit Seramiklerin Bağlantı Dirençlerinin Değerlendirilmesi

Çalışmamızın amacı farklı iki zirkonyum oksit seramiklerin farklı yüzey işlemleri ve sinterlenmeleriyle gerçekleşen faz dönüşüm miktarının tespiti ve bu miktarın zirkonyum oksit altyapı ve üstyapı porseleni arasındaki bağlantı direncine etkileri araştırmaktır. Çalışmamızın özgün değeri sadece farklı yüzey işlemlerinin bağlantı direncine etkileri değil ayrıca bu işlemler sonucu oluşan monoklinik faz miktarının ve yüzey pürüzlülüğünün tespiti, ortaya çıkan değerlerin bağlantı direncine etkilerini ortaya koymaktadır.

Yapılan çalışmada 50 adet DC zirkon ve 50 adet YZ zirkonyum oksit diskler elde edilerek 2 ayrı grup oluşturulmuştur. Her iki grup 10'arlı alt gruplara ayrılarak asitle pürüzlendirme, kumlama, frezle aşındırma ve plazma sprey yüzey işlemlerine tabi tutulmuş ve bir kontrol grubu oluşturulmuştur. Bu işlemlerin öncesinde ve sonrasında örnekler x ray difraktometresiyle (XRD) incelenerek meydana gelen faz dönüşüm miktarı tespit edilmiştir. Yüzey pürüzlülüğünün tespit edilmesi amacıyla profilometre kullanılmıştır. Yüzey topografyası AFM ile incelenmiştir. Daha sonra zirkonyum oksit diskler, feldspatik porselenle bağlanarak zirkonyum oksit seramikle feldspatik porselen arasındaki bağlantı kuvvetinin tespiti instron cihazıyla tespit edilmiştir.

Yüzeyde gerçekleştirilen yüzey işlemleri sonucunda faz dönüşümü ve pürüzlülük meydana gelmiştir. Fakat meydana gelen değişikliklerin zirkonyum oksit altyapı ile üstyapı porseleni arasındaki bağlantı direncine etkisi olmadığı istatistiksel olarak gösterilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Zirkonya, Seramik, Bağlantı, Dental materyaller, X-Ray difraktometresi

SUMMARY

The Evaluation of Bonding Resistance of Zirconia Ceramics

The aim of this study was to determine the amount of phase changes and surface roughness that occurs after surface treatments and to investigate the effects of these changes on the bonding resistance between zirconium core ceramic and its veneer ceramic. The originality of this project was not only to evaluate the effects of surface treatments on core-veneer bonding resistance, but also to determine the amount of phase changes and surface roughness that occurs after surface treatments.

In this study, 50 YZ and 50 DC discs were prepared to form two different groups. Each group (YZ and DC) was randomly divided into 5 groups of ten and different surface treatment methods were applied: etching, sandblasting, grinding and plasma spraying and a control group. Before and after the surface treatment, the samples were verified by X-ray diffractometry to determine the relative amount of transformed monolithic zirconia on the treated surfaces. Profilometer was used to determine the surface roughness of the samples. Surface topography was examined with AFM. After these treatments, the zirconium discs were veneered by feldspathic porcelain. Following these procedures, each specimen was loaded by Instron, which is a universal testing machine, to evaluate bonding resistance between zirconia and feldspathic ceramics.

Surface roughness and phase changes occurred as a result of different surface treatments on zirconia ceramics. However, the effects of surface treatments on the bonding of zirconia core and veneer ceramics were not statistically significant.

Key Words: Zirconia, Ceramic, Bonding, Dental materials, X-Ray diffraction

KAYNAKLAR

- ABOUSHELIB, M.N., JAGER, N., KLEVERLAAN, C. J., FEILZER, A. J. (2005) Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. *Dent. Mater.*, **21 (10)**: 984-991
- ABOUSHELIB, M.N., KLEVERLAAN, C. J., FEILZER, A. J. (2006) Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part II: Zirconia veneering ceramics. *Dent. Mater.*, **22 (9)**: 857-863
- ABOUSHELIB, M.N., JAGER, N., KLEVERLAAN, C. J., FEILZER, A. J. (2007) Effect of loading method on the fracture mechanics of two layered all-ceramic restorative systems. *Dent. Mater.*, **23**: 952-959
- ABOUSHELIB, M.N., KLER. M., ZEL, J. M., FEILZER, A. J. (2008) Effect of veneering method on the fracture and bond strength of bilayered zirconia restorations. *Int. J. Prosthodont.*, **21**:237-240
- ABOUSHELIB, M.N., KLEVERLAAN, C. J., FEILZER, A. J. (2008) Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics. *J. Prosthodont.*, **17**:401-408
- AK, L. (2005) Zirkonyum ve hafniyum. Dental Laboratuvar, Ekim-Kasım- Aralık 25-30
- AL-DOHAN, H. M., YAMAN, P., DENNISON, J. B., RAZZOOG, M. E., LANG, B.R. (2004) Shear strength of core-veneer interface in bi-layered ceramics. *J. Prosthet. Dent.*, **91(4)**: 349-355
- ARDLIN, B.I. (2002) Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges:chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. *Dent. Mater.*,**18**: 590-595
- BERNANDINI, U. D., GIOVANASI, A., BACCETTI, T. (1994) Resistance to fracture of metal ceramic crowns. *Int.J. Prosthodont.*, **7**: 149-154
- BLANCHARD, C.R. (1996) Atomic force microscopy.
Erişim:[<http://chemeducator.org/sbibs/s0001005/spapers/15bla897.pdf>] Erişim tarihi: 28.6.2008
- BLATZ, M.B., SADAN, A., KERN, M. (2003) Resin-ceramic bonding: a review of literature. *J.Prosthet. Dent.*, **89**: 268-274
- BLUE, D.S., GRIGGS, J.A., WOODY. R.D., MILLER, B.H. (2003) Effect of bur abrasive particle size and abutment composition on preparation of ceramic implant abutments. *J. Prosthet. Dent.*,**90**: 247-254
- BOURAUDEL, C., FRIES, T., DRESCHER, D., PLIETSCH, R. (1998) Surface roughness of orthodontic wires via atomic force microscopy, laser specular reflectance and profilometry. *Eur. J. Orthod.*, **20**:79-92
- BUERGER, M.J. (1958) X-Ray Crystallography. 4th Ed., New York: John Wiley & Sons Inc.
- CERCON SMART CERAMICS, Processing Instructions Guide Book, Degussa Dental
- CARRIER, D. D., KELLY, J. R. (1995) In-ceram failure behavior and core-veneer interface quality as influenced by residual infiltration glass. *J. Prosthodont.*, **4**: 237-242
- CHEVALIER, J. (2006) What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials* **27**: 535-543

- CHEVALIER, J., DEVILLE, S., MUNCH, E., JULLIAN, R., LAIR, F. (2004) Critical effect of cubic phase on aging in 3 mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. *Biomaterials*, **25**:5539-5545
- CURTIS, A. R., WRIGHT, A. J., FLEMING, G. J. P. (2006) The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramics. *J. Dent.*, **34**(3): 195-206
- DENRY, I.L., HOLLOWAY, J. A. (2006) Microstructure and crystallographic surface changes after grinding zirconia-based dental ceramics. *J. Biomed. Mater. Res. Part B: Appl. Biomater.*, **76B**: 440-448
- DENRY, I., KELLY, R. (2008) State of the art of zirconia for dental applications. *Dent. Mater.*, **24**(3): 299-307
- DERAND, P., DERAND, T. (2000) Bond strength of luting cements to zirconia oxide ceramics. *Int. J. Prosthodont.*, **13**(2) :131-135
- DERAND, T., MOLIN, M., KVAM, K. (2005) Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent. Mater.*, **21**:1158-1162
- DEVILLE, S., CHEVALIER, J., GREMILLARD, L. (2006) Influence of surface finish and residual stresses on ageing sensitivity of biomedical grade zirconia. *Biomaterials.*, **27**: 2186-2192
- DRUMMOND, J.L. (1989) In vitro aging of yttria-stabilized zirconia. *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**: 675-676
- DÜNDAR, M., ÖZCAN, M., ÇÖMLEKÇİOĞLU, E., GÜNGÖR, M. A. (2005) Bond strengths of veneering ceramics to reinforced ceramic core materials. *Int. J. Prosthodont.* **18**: 71-72
- FILSER, F., KOCHER, P., WEIBEL, F., LUTHY, H., SCHARER, P., GAUCKLER, L.J. (2001) Reliability and strength of all-ceramic dental restorations fabricated by direct ceramic machining (DCM). *Int. J. Compute. Dent.*, **4**: 84-106
- FISCHER, J., GROHMANN, P., STAWARCZYK, B. (2008) Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *D.M.J.* **27**(3):448-454
- FISCHER, J., STAWARCZYK, B. (2007) Compability of machined Ce-TZP/Al₂O₃ nanocomposite and a veneering composite. *Dent. Mater.*, **23**:1500-1505
- FISCHER, J., KUNTZE, C., LAMPERT, F. (1997) Modified partial-coverage ceramics for anterior teeth: A new restorative method. *Quintess. Int.*, **28**: 293-299
- FLEMING, G. J. P., EL-LAKWAH, S. F. A., HARRIS, J. J., MARQUIS, P. M. (2004) Influence of interfacial surface roughness on bilayered ceramic specimen performance. *Dent. Mater.*, **20**: 142-149
- GARVIE, R. C., NICHOLSON, P. S. (1972) Phase analysis in zirconia systems. *J. Am. Ceram. Soc.*, **55** (6): 303-305
- GIORDANO, R.A., PELLETIER, L., CAMPBELL, S., POBER, R. (1995) Flexural strength of an infused ceramic, glass ceramic, and feldspathic porcelain. *J. Prosthet. Dent.* **73**(5): 411-418

- GREEN, D. J. (1983) A technique for introducing surface compression into zirconia ceramics. *J. Am Ceram. Soc.*, **66(10)**: c-178-179
- GUAZZATO, M., ALBAKRY, M., RINGER, S. P., SWAIN, M. V. (2004) Strength, fracture toughness and microstructure analysis of a selection of all-ceramic materials. Part II: Zirconia based dental ceramics. *Dent. Mater.*, **20**: 440-456
- GUAZZATO, M., PROSS, K., QUACH, L., SWAIN, M. V. (2004) Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Biomaterials.*, **25(20)**: 5045-5052
- GUAZZATO, M., QUACH, L., ALBAKRY, M., SWAIN, M. V. (2005) Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J. Dent.*, **33**: 9-18
- GUESS, P.C., KULIS, A., WITKOWSKI, S., WOLKEWITZ, M., ZHANG, Y., STRUB, J. (2008) Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. *Dent. Mater.*, **24**: 1556-1567
- GUPTA, T. K. (1980) Strengthening by surface damage in metastable tetragonal zirconia. *J. Am. Ceram. Soc.*, Jan-Feb :117
- HANNINK, R. H., KELLY, P. M., MUDDLE, B. C. (2000) Transformation toughening in zirconia-containing ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.*, **83**: 461-487
- HEGEDUS, C., BISTEY, T., FLORA-NAGY, E., KESZTHELYI, G., JENEI, A. (1999) An atomic force microscopy study on the effect of bleaching agents on enamel surface. *J. Dent.*, **27(7)** :509-515
- HOBBO, S., SHILLINBURG, H.T. (1973) Porcelain fused-to-metal, tooth preparation and coping design. *J. Prosthodont. Dent.* **30**: 28-36
- IVOCLAR ÜRÜN KATOLOĞU (2008) IPS e.max ZirPress
- JANDA, R., ROULET, J.F., WULF, M., TILLER, H.J. (2003) A new adhesive technology for all-ceramics. *Dent. Mater.*, **19**: 567-573
- JUY, A., ANGLADA, M. (2007) Surface phase transformation during grinding of Y-TZP. *J. Am. Ceram. Soc.*, **90(8)**: 2618-2621
- KELLY, J.R. (2004) Dental ceramics: current thinking and trends. *Dent. Clin. N. Am.*, **48**: 513-530
- KESİM, F. (1996) Farklı porselen inley/onley yapım tekniklerinin bazı fiziksel özelliklerinin karşılaştırmalı olarak değerlendirilmesi. Doktora tezi Ankara
- KELLY, J.R. (1995) Perspectives on strength. *Dent. Mater.*, **11**: 103-110
- KERN, M., WEGNER, S.M. (1998) Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent. Mater.*, **14**: 64-71
- KERN, M., THOMPSON, P. (1993) Sandblasting and silica coating of dental alloys: volume loss, morphology and changes in the surface composition. *Dent. Mater.* **9**: 155-161
- KERN, M., THOMPSON, P. (1995) Bonding to glass infiltrated alumina ceramic: Adesiv methods and their durability. *J. Prosthet. Dent.*, **73**: 240-249

- KLER, M. D., JAGER, N. D., MEEGDEES, M., VAN DER ZEL, J. M. (2007) Influence of thermal expansion mismatch and fatigue loading on phase changes in porcelain veneered Y-TZP zirconia discs. *J. Oral Rehabil.*, **34**: 841-847
- KOÇAK, A. (2006) Cercon zirkonya sistemi ile yapılan posterior sabit protezlerinuzun dönem klinik başarılarının incelenmesi. Doktora Tezi
- KOHAL, R.J., PAPAVALIOU, G., KAMPOSIOA, P., TRIPODAKIS, A., STRUB, J.R. (2002) Three-dimensional computerized stress analysis of commercially pure titanium and yttrium-partially stabilized zirconia implants. *Int. J. Prosthodont.*, **15**: 189-194
- KOHAL, R.J., KLAUS, G. (2004) A zirconia implant-crown system: a case report. *Int J. Periodont. Rest. Dent.*, **24**: 147-153
- KOSMAC, T., OBLAK, C., JEVNIKAR, P., FUNDUK, N., MARION, L. (1999) The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent. Mater.*, **15**: 526-33
- KOSMAC, T., OBLAK, C., JEVNIKAR, P., FUNDUK, N., MARION, L. (2000) Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. *J. Biomed. Mater. Res.*, **53**: 304-313
- KOSMAC, T., DAKSKOBLER, A., OBLAK, C., JEVNIKAR, P. (2007) The strength and hydrothermal stability of y-tzp ceramics for dental applications. *Int. J. Ceram. Technol.*, **4(2)**: 164-174
- KOSMAC, T., OBLAK, C., MARION, L. (2008) The effects of dental grinding and sandblasting on ageing and fatigue behavior of dental zirconia (Y-TZP) ceramics. *J Euro Ceram Soc.*, **28**: 1085-1090
- KOU, W., MOLIN, M., SJONGREN, G. (2006) Surface roughness of five different dental ceramic core materials after grinding and polishing. *J. Oral. Rehab.*, **33**: 117-124
- LAL, K. (1982) Synthesis, Crystal Growth and Characterization. Amsterdam: North-Holland Publishing Co.
- LANG, L. A., WANG, R., KANG, B., WHITE, S. N. (2001) Validation of finite element analysis in dental ceramics research. *J. Prosthet. Dent.*, **86**: 650-654
- Lİ., H. (1997) General ideas about AFM.
Erişim: [<http://www.chembio.uoguelph.ca/educmat/chm729/afm/general.htm>] Erişim tarihi: 23.6.2008
- LUTHARDT, R.G., HOLZHUTER, M.S., RUDOLPH, H., HEROLD, V., WALTER, M.H. (2004) Cad/cam-machining effects on Y-TZP zirconia. *Dent. Mater.*, **20**: 655-662
- LUTHARDT, R. G., SANDKUHL, O., REITZ, B. (1999) Zirconia-tzp and alumina-advanced technologies for the manufacturing of single crowns. *Eur. J. Prosthodont Restor. Dent.*, **7(4)**: 113-119
- MCLEAN, J.W. (1980) The science and art of dental ceramics. Bridge design and laboratory procedures in dental ceramics. *Chicago: Quintessence*; 2
- MCLEAN, J.W., HUGHES, T.H. (1965) The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. *Br. Dent. J.* **119**: 251-67

- PALLIS, K., GRIGGS, J. A., WOODY, R. D., GUILLEN, G. E., MILLER, A. M. (2004) Fracture resistance of three all-ceramic restorative systems for posterior applications. *J. Prosthet. Dent.*, **91(6)** : 561-569
- PALMER, R. (2007) Zirconia: What do we know? *Dental Lab Products*, 32(8): 18- 22
- PAPANAGIOTOU, H. P., MORGANO, S. M., GIORDANO, R. A., POBER, R. (2006) In vitro evaluation of low-temperature aging effects and finishing procedures on the flexural strength and structural stability of Y-TZP dental ceramics. *J. Prosthet. Dent.*, **96**: 154- 164
- PECHARSKY, V.K., ZAVALIJ, P.Y. (2005). Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials. New York: Springer Science Business Media In
- PICONI, C., MACCAURO, G. (1999). Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*, **20**: 1-25
- PIWOWRACZYK, A., LAUER, H.C.,SORANSEN, J. A.(2004) In vitro shear bond stress of cementing agent to fixed prosthodontic restorative materials.*J. Prosthet. Dent.***92**: 265-273
- PIWOWRACZYK, A., OTTL, P.,LAUER, H.C., KURETZKY,T. A. (2005) Clinical report and overview scientific studies and clinical procedures conducted on the 3M ESPE Lava all ceramic system. *J.Prosthodont.***14**: 39-45
- PITTAYACHAWAN, P., MCDONALD, A., PETRIE, A., KNOWLES, J. C. (2007) The biaxial flexural strength and fatigue property of Lava Y-TZP ceramic. *Dent. Mater.*, **23**: 1018-1029
- OILO, M., GJERDET, N. R., TVINNEREIM, H. M. (2008) The firing procedure influences properties of zirconia core ceramic. *Dent. Mater.* **24(4)**: 471- 475
- RAIGRODSKI, A.J., CHICHE, G.J., POTIKET, N.(2006) The efficacy of posterior three-unit zirconium-oxide-based ceramic fixed partial dental prostheses: a prospective clinical pilot study. *J. Prosthet. Dent.*, **96**: 237-244
- RIMONDINI, L., CERRONI, L., CARRASSI, A., TORRICELLI, P. (2002) Bacterial colonization of zirconia ceramic surfaces: an in vitro and in vivo study. *Int. J. Oral Maxillofac Implants.*, **17**: 793-798
- ROSENSTIEL, S. F., MARTÍN, F., FUJIMOTO, J., COCKERILL, J.J. (2006) Contemporary fixed prosthodontics .Mosby Company,ST.Louis,Toronto
- RUHLE, M., CLAUSSEN, N., HEUER, A. H. (1986) Transformation and microcrack toughening as complementary processes in ZrO₂ – toughened Al₂O₃. *J. Am. Ceram. Soc.*, **69(3)**: 195-197
- SADAN,A., BLATZ, M. B., LANG, B. (2005). Clinical considerations for densely sintered alumina and zirconia restorations: part 1. *Int. J. Periodontics Restorative Dent.*, **25**: 213-219
- SATO, H., YAMADA, K., PEZZOTTI, G., NAWA, M., BAN, S. (2008) Mechanical properties of zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment.*DMJ* **27(3)**: 408-414
- SAILER, I.,FEHER, A., FILSER,F.(2006) Prospective clinical study of zirconia posterior fixed partial dentures: 3 year follow up. *Quintessence Int.* **37**: 685-693

- SAYGILI, G., ŞAHMALI, S. (2003) Effect of ceramic surface treatment on the shear bond strengths of two resin luting agents to all-ceramic materials. *Journal of Oral Rehabilitation.*, **30(7)**:758-764
- SCHWEITZER, D. M., GOLDSTEIN, G.R., RICCI, J. L., SILVA, N. R., HITTELMAN, E. L. (2005) Comparison of bond strength of a pressed ceramic fused to metal versus feldspathic porcelain fused to metal. *J. Prosthodont.*, **14**:239-247
- SIMONSEN, R.J., CALAMIA, J.R. (1983) Tensile bond strength of etched porcelain. *J. Dent.Res.*, **62**: 297
- STEYERN, P. V. V., CARLSON, P., NILNER, K. (2005) All-ceramic fixed partial dentures designed according to the DC-Zirkon technique. A 2-year clinical study. *Journal of Oral Rehabilitation.*, **32 (3)** :180–187
- STUDART, A. R., FILSER, F., KOCHER, P., LUTHY, H., GAUCKLER, L. L. (2007) Cyclic fatigue in water of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. *Dent. Mater.*, **23(2)**: 177-185
- SUNDH, A., MOLIN, M., SJÖGREN, G. (2005) Fracture resistance of yttrium oxide partially-stabilized zirconia all-ceramic bridges after veneering and mechanical fatigue testing. *Dent. Mater.*, **21**: 476-482
- SUNDH, A., SJÖGREN, G. (2004) A comparison of fracture strength of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia ceramic crowns with varying core thickness, shapes and veneer ceramics. *Journal of Oral Rehabilitation.*, **31**: 682-688
- SUNDH, A., SJÖGREN, G. (2006) Fracture resistance of all-ceramic zirconia bridges with different phase stabilizers and quality of sintering. *Dent. Mater.*, **22**: 778-784
- SUTTOR, D. (2004) Zirconia crowns and bridges. *Comp.Dent.*, **7**:67-76
- SWAIN, M. V. (1986) Grain –size dependence of toughness and transformability of 2 mol% Y-TZP ceramics. *Journal of Materials Science Letters.*, **5(11)**:1159-1162
- SWAIN, M. V. (1985) Limitation of maximum strength of zirconia-toughened ceramics by transformation toughening increment. *J. Am. Ceram. Soc.*, **68(4)**:C-97-C-99
- SWAIN, M. V., HANNINK, R. H. J. (1989) Metastability of the martensitic transformation in a 12 mol% ceria-zirconia alloy: grinding studies. *J. Am. Ceram. Soc.*, **72(8)**: 1358-1364
- TINSCHERT, J., NATT, G., MAUTSCH, W., AUGTHUN, M., SPIEKERMANN, H., ANUSAVICE, K.J. (2001) Marginal fit of alumina- and zirconia-based fixed partial dentures produced by a CAD/CAM system. *Operative Dentistry.*, **26**: 367-374
- TINSCHERT, J., NATT, G., MAUTSCH, W., AUGTHUN, M., SPIEKERMANN, H., ANUSAVICE, K.J. (2001) Fracture resistance of lithium disilicate-, alumina-, and zirconia-based three-unit fixed partial dentures: a laboratory study. *Int. J. Prosthodont.*, **14**:231-238
- TINSCHERT, J., ZWEZ, D., MARX, R., ANUSAVICE, K. J. (2000) Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics. *J. Dent.*, **28**: 529-535
- TORAYA, H., YOSHIMURA, M., SOMIYA, S. (1984) Calibration curve for quantitative analysis of the monoclinic-tetragonal ZrO₂ system by x-ray diffraction. *J. Am. Ceram. Soc.*, **67(6)**:C119-121

- TSALOUCHOU, E., CATELL, M. J., KNOWLES, J. C., PITTAYACHAWAN, P., MCDONALD, A. (2008) Fatigue and fracture properties of yttria partially stabilized zirconia crown systems. *Dent. Mater.*, **24(3)**: 308- 318
- VOLKL. L. (2001) Cercon: The all-ceramic CAM system by Degusa dental. *Quintessence* **52**: 811-814
- WANG, H., ABOUSHELIB, M. N., FEILZER, A. J. (2008) Strength influencing variables an CAD/CAM zirconia frameworks. *Dent. Mater.*,**24**: 633-638
- WEBBER, B., MCDONALD, A.,KNOWLES, J. (2003). An in vitro study of the compressive load at fracture of Procera Allceram crowns with varying thickness of veneer porcelain. *J. Prosthet. Dent.*, **89**: 154-160
- WHITE, S.N., CAPUTO, A. A., VIDJAK, F. M. A., SEGHI, R. R. (1994) Moduli of rupture of layered dental ceramics. *Dent. Mater.*, 10: 52-58
- WHITE, S. N., MIKLUS, V. G., MCLAREN, E. A., LANG, L. A., CAPUTO, A. A. (2005) Flexural strength of layered zirconia and porcelain dental all-ceramic system. *J. Prosthet. Dent.*, **94**: 125-131
- WOLFART, M.,LEHMANN, F., WOLFART, S., KERN, M.(2006) Durability of the shear bond strengthto zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent. Mater.***23**:45-50
- WUSTEFELD, F. (2004) Cercon zirkonyum seramik kron ve köprüler ile hazırlanan kompleks estorasyonlar ve multidisipliner tedavi planlamaları. *Quintessence Türkçe* 4: 45- 55
- YILMAZ, H., AYDIN, C., BASAK, E. G. (2007) Flexural strength and fracture toughness of dental core ceramics. *J. Prosthet. Dent.*, **98**: 120-128
- YIN, L., JAHANMIR, S., IVES, L. K.(2003) Abrasive machining of porcelain and zirconia with a dental handpiece. *Wear.* **255(7-12)**:975-989:
- ZARONE F.,SORRENTINO, R., VACCARO, F., TRAINI, T., RUSSO, S., FERRARI, M. (2006) Acid etching surface treatment of feldspathic, alumina and zirconia ceramics: a micro-morphological SEM analysis. May-June 2006
Erişim: [http://www.moderndentistrymedia.com/may_june2006/zarone2.pdf] Erişim tarihi:23.6.2008
- ZHANG, Y., LAWN, B. R., REKOW, E. D., THOMPSON, V. P. (2004) Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramic. *J. Biomed. Mater. Res. B. Appl. Biomater.*, **15**: 381-386
- ZIVKO-BABIC, J., CAREK, A., JAKOVAC, M. (2005) Zirconium oxide ceramics in prosthodontics. *Acta. Stomat. Croat.*, **39**: 25-28