

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
DİŞ HEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ
PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI

**ZİRKONYA SERAMİĞE UYGULANAN FARKLI
YÜZEY İŞLEMLERİNİN FAZ DEĞİŞİMİ VE
BAĞLANMA DAYANIMI ÜZERİNE ETKİLERİ**

Elif YILMAZ

DİŞ HEKİMLİĞİNDE UZMANLIK TEZİ

DANIŞMAN
Doç. Dr. Meral ARSLAN MALKOÇ

2023-ANTALYA

T.C.
AKDENİZ ÜNİVERSİTESİ
DİŞ HEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ
PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI

**ZİRKONYA SERAMİĞE UYGULANAN FARKLI
YÜZEY İŞLEMLERİNİN FAZ DEĞİŞİMİ VE
BAĞLANMA DAYANIMI ÜZERİNE ETKİLERİ**

Elif YILMAZ

DİŞ HEKİMLİĞİNDE UZMANLIK TEZİ

DANIŞMAN
Doç. Dr. Meral ARSLAN MALKOÇ

2023-ANTALYA

ONAY SAYFASI

(Adayın Adı-SOYADI) tarafından sunulan bu çalışma jürimiz tarafından **oy birliğı/oy çokluğu** ile Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalında Uzmanlık Tezi olarak kabul edilmiştir. .../...../.....

İmza

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Meral Arslan Malkoç Akdeniz Üniversitesi

Üye : Prof. Dr. Ulviye Şebnem Büyükkaplan

Üye : Dr. Öğr. Özlem Üstün

Bu tez,/...../..... tarih ve/..... sayılı Yönetim Kurulu kararıyla belirlenen ve yukarıda imzaları bulunan jüri üyeleri tarafından kabul edilmiştir.

Diş Hekimliği Fakültesi

Kurum Yöneticisi

Prof. Dr. Alper KUŞTARCI

ETİK BEYAN

Bu tez çalışmasının kendi çalışmam olduğunu, tezin planlanmasından yazımına kadar bütün safhalarda etik dışı davranışımın olmadığını, bu tezdeki bütün bilgileri akademik ve etik kurallar içinde elde ettiğimi, bu tez çalışmasıyla elde edilmeyen bütün bilgi ve yorumlara kaynak gösterdiğimi ve bu kaynakları da kaynaklar listesine aldığımı beyan ederim.

Aday

Elif YILMAZ

İmza

TEŞEKKÜR

Uzmanlık eğitim sürecim ve tez çalışmam boyunca bana her zaman her konuda hoşgörü ve sabırla yol gösteren, bilimsel, mesleki ve hayat tecrübelerini esirgemeyen, klinik eğitimimde öğrencisi olduğum için kendimi hep çok şanslı hissettiğim, eğitim sürecimi anaçlığı, sevgisi ve bilgisi ile harmanlayan ve bana bunu yapmayı öğretten çok değerli hocam ve tez danışmanım Doç. Dr. Meral ARSLAN MALKOÇ'a,

Eğitimim boyunca mesleki değerlerimin gelişmesinde ve geldiğim noktada büyük emekleri olan, hem klinik çalışmalarım hem de klinik dışındaki teorik çalışmalarımda yol gösterip, bilgilerini asla esirgemeyen değerli hocalarım Prof. Dr. Ulviye Şebnem BÜYÜKKAPLAN'a, Doç. Dr. Mustafa ÖZARSLAN Prof. Dr. Ömer KIRMALI ve Dr. Öğr. Üyesi Özlem ÜSTÜN'e,

Klinik çalışmalarım ve eğitimim sırasında hem mesleki hem manevi tüm bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşmış olan değerli abilerim Doç.Dr. Kubilay BARUTCİĞİL ve Doç.Dr. Nurullah TÜRKER'e,

Çalışmamın istatistik sonuçlarını değerlendirmedeki katkılarından dolayı Prof. Dr. Esra ÜLKER'e

Çalışmamdaki X-ışını analiz sonuçlarını değerlendirmedeki ve hesaplamadaki katkılarından dolayı Prof. Dr. Ahmet VARILCI'ye

Çalışmamın her kısmında bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım değerli hocam Dr. Öğr. Üyesi Yusuf Ziya AKPINAR'a

Fakülte hayatımın ilk gününden itibaren yanımda olan ve varlıklarıyla hayatımı güzelleştiren dostlarım Arş. Gör. Ebru YILDIZ ve Uzm. Dt. Özden ÖZER'e

Hayatım boyunca hayal ettiğim yerlere gelebilme sürecimde maddi manevi tüm yükleri sırtlanarak şuan olduğum kişi olabilmemi sağlayan canım ailem Ali YILMAZ ve Esmâ YILMAZ'a ve varlığıyla bana huzur veren sevgili kardeşim İrem Ece YILMAZ'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Dt. Elif YILMAZ

ÖZET

Amaç: Bu çalışmanın amacı, femtosaniye lazer (Fs) ve/veya tribokimyasal silika kaplama protokollerinin monolitik zirkonya üzerinde pürüzlülük, bağlanma mukavemeti ve faz dönüşümü üzerindeki etkilerini araştırmaktır.

Yöntem: Yüz kırk dört zirkonya, yüzey işleme protokollerine göre rastgele dokuz alt gruba ayrıldı: Kontrol (C) (Grup 1), sinterleme öncesi tribokimyasal silika kaplama (SÖT) (Grup 2), sinterleme öncesi femtosaniye lazer (SÖF) (Grup 3), sinterleme öncesi ve sonrası tribokimyasal silika kaplama (SÖT+SST) (Grup 4), sinterleme öncesi femtosaniye lazer + sinterleme sonrası tribokimyasal silika kaplama (SÖF+SST) (Grup 5), sinterleme sonrası tribokimyasal silika kaplama (SST) (Grup 6), sinterleme sonrası femtosaniye lazer (SSF) (Grup 7), femtosaniye lazer ve sinterleme sonrası tribokimyasal silika kaplama (SSF+SST) (Grup 8), tribokimyasal silika kaplama ve sinterleme sonrası femtosaniye lazer (SST+SSF) (Grup 9). Panavia V5 dual cure self adeziv rezin siman zirkonya örneklerine yapıştırıldı.

Yüzey morfolojik özellikleri ve pürüzlülük, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve optik (3D) profilometre ile değerlendirildi. Örneklerin simantasyonu sonrası 1 mm/dk çapraz kafa hızında kuvvet uygulanarak makaslama bağlanma dayanımı testi yapıldı. Faz dönüşümünü belirleyebilmek için her gruptan birer örnek X-ışını kırınımı analizine (XRD) tabi tutuldu. Veriler tek yönlü ANOVA ve Tukey HSD testleri ile analiz edildi. İstatistiksel anlamlılık düzeyi $p<0,05$ olarak kabul edildi.

Bulgular: Grup 7 (SSF), Grup 4 (SÖT+SST), Grup 8 (SSF+SST), Grup 9 (SST+SSF), Grup 5 (SÖF+SST) grupları en yüksek SBS'yi gösterirken ($P<0,05$), kontrol ve Grup 2 (SÖT) grupları en düşük SBS'yi gösterdi ($p<0,05$). Femtosaniye lazer uygulanan gruplar en yüksek pürüzlülüğü gösterdi. Yapılan XRD analizine göre monolitik zirkonya örneklerde, sinterden önce yapılan yüzey işlemleri sonucunda faz dönüşümü olmamıştır. Sinterden sonra uygulanan femtosaniye lazerin ise tribokimyasal silika kaplama uygulamasına göre çok daha az faz dönüşümüne neden olduğu görülmüştür.

Sonuç: Klinik uygulamalar için sinterden önce ve sonra yüzey işlemlerinin (femtosaniye lazer ve tribokimyasal silika kaplama) kombine olarak uygulanması önerilebilir. Fs lazerin diş hekimliğinde klinik kullanımı henüz mümkün değildir. Bu nedenle Grup 4 (SÖT+SST), klinik uygulama için önerilebilir. Grup 4, Fs lazer

uygulanan gruplarla aynı oranda yüksek SBS değeri vermiştir ancak Fs uygulanan gruplara göre daha fazla faz dönüşümüne neden olmuştur.

Anahtar Kelimeler: Femtosaniye lazer, Tribokimyasal Silika Kaplama, MDP, X-ışını kırınımı, Makaslama bağlanma dayanımı



ABSTRACT

Aim: The aim of this study was to investigate the effects of femtosecond laser (Fs) and/or tribochemical silica coating protocols on roughness, bond strength and phase transformation to monolithic zirconia.

Materials and methods: One hundred forty four zirconia were randomly divided into nine subgroups according to surface treatment protocols: Control (C), tribochemical silica coating before sintering (TBS), Fs laser before sintering (FBS), tribochemical silica coating before and after sintering (TBS+TAS), Fs laser before sintering + tribochemical silica coating after sintering (FBS+TAS), tribochemical silica coating after sintering (TAS), Fs laser after sintering (FAS), Fs laser and tribochemical silica coating after sintering (FAS+TAS), tribochemical silica coating and Fs laser after sintering (TAS+FAS). Panavia V5 dual cure self adhesive resin cement was bonded to zirconia samples.

Surface morphological properties and roughness were evaluated by scanning electron microscopy (SEM) and optical (3D) profilometer. After cementation of the samples, shear bond strength test was performed by applying force at a crosshead speed of 1 mm/min. One sample from each group was subjected to X-ray diffraction analysis (XRD) to determine the phase transformation. The data were analyzed with one-way ANOVA, and Tukey HSD tests at 0.05. significance level.

Results: While the groups FAS, TBS+TAS, FAS+TAS, TAS+FAS, FBS+TAS had showed the highest SBS ($P < 0,05$), control and TBS groups demonstrated the lowest SBS ($p < 0,05$). Surface roughness value was found to be higher in femtosecond applied groups compared to other groups. According to the XRD analysis, there was no phase transformation in monolithic zirconia samples as a result of surface treatments before sintering. Femtosecond laser applied after sintering caused much less phase transformation than tribochemical silica coating.

Conslusions: For clinical applications, a combination of surface treatments (femtosecond laser and tribochemical silica coating) before and after sintering may be recommended. Clinical use of the FS laser in dentistry is not yet possible. Therefore, Group 4 (SST+SST) can be recommended for clinical application. Group 4 gave the same high SBS value as the Fs laser treated groups, but caused more phase transformation than the Fs treated groups.

Key words: Femtosecond laser, Tribochemical silica coating, MDP, X-ray diffractometers, Shear bond strength



İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT	iii
İÇİNDEKİLER	v
SİMGELER VE KISALTMALAR	viii
TABLolar DİZİNİ	x
ŞEKİLLER DİZİNİ	xi
RESİMLER DİZİNİ	xiii
GRAFİKLER DİZİNİ	xiv
1. GİRİŞ	15
2. GENEL BİLGİLER.....	3
2.1. Dental Seramikler	3
2.2. Dental Seramiğin Tarihçesi.....	3
2.3. Dental seramiklerin sınıflandırılması.....	6
2.3.1. Cam Matriks Seramikler	7
2.3.2. Polikristalin Seramikler.....	8
2.3.3. Rezin Matriks Seramikler	11
2.4. Zirkonya	11
2.4.1. Zirkonyanın Mikroyapılarına Göre Sınıflandırılması	11
2.4.2. Zirkonya Esaslı Seramiklerin Mekanik Özelliklerini Etkileyen Faktörler	15
2.4.3. Zirkonyanın Üretim Şekillerine Göre Sınıflandırılması	18

2.4.4.	Diş Hekimliğinde Kullanılan Zirkonyum Çeşitleri.....	19
2.4.5.	Monolitik Zirkonya ve Yeni Nesil Transludent Zirkonyalar.....	21
2.5.	Zirkonya Seramiklerde Simantasyon	24
2.5.1.	Simantasyon Öncesi Yüzey Hazırlıkları	24
2.5.2.	Rezin Simanlar	30
2.6.	Bağlanma Dayanımının Tespit Edilmesinde Kullanılan Test Yöntemleri	34
2.6.1.	Makaslama (Shear) Testi.....	34
2.6.2.	Çekme (tensile) testi.....	34
2.6.3.	Mikroçekme (mikrotensile) testi	34
2.7.	Materyalin Yüzeyini İncelemede Kullanılan Test Yöntemleri	34
2.7.1.	Optik (3D) Profilometre	34
2.7.2.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	35
2.8.	X-Işını Kırınımı Analizi (XRD).....	35
3.	GEREÇ VE YÖNTEM.....	37
3.1.	Zirkonyum Oksit Örneklerin Hazırlanması	39
3.2.	Test Gruplarının Oluşturulması	41
3.2.1.	Zirkonyum Oksit Örneklere Tribokimyasal Silika Kaplama Prosedürlerinin Uygulanması.....	41
3.2.2.	Zirkonyum Oksit Örneklere Femtosaniye Lazer Prosedürlerinin Uygulanması.....	42
3.3.	Örneklere Yüzey İşlemlerinin Uygulanması.....	44
3.4.	Zirkonyum Örneklerin Sinterlenmesi	45

3.5.	Yüzey Pürüzlülüğünün Değerlendirilmesi.....	47
3.6.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi	48
3.7.	X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi.....	49
3.8.	Simantasyon Prosedürü.....	51
3.9.	Makaslama Bağlanma Dayanım Testi	53
3.10.	Kopma Yüzeylerinin Stereomikroskop ile İncelenmesi	54
3.11.	İstatistiksel Analiz.....	55
4.	BULGULAR	56
4.1.	Yüzey İşlemlerinin Pürüzlülüğe Etkisinin SEM ile İncelenmesi.....	56
4.2.	Yüzey İşlemlerinin Pürüzlülük Üzerindeki Etkisinin İncelenmesi.....	61
4.3.	Yüzey İşlemlerinin Makaslama Bağlanma Dayanımına Etkisinin Değerlendirilmesi.....	66
4.4.	Faz Dönüşümü Bulguları	68
4.4.1.	Göreceli Monoklinik Faz Oranı (X_m , %) Bulguları	70
4.5.	Stereomikroskop İncelemesi	71
5.	TARTIŞMA	73
6.	SONUÇLAR VE ÖNERİLER	92
	KAYNAKÇA	94
	ÖZGEÇMİŞ.....	109

SİMGELER VE KISALTMALAR

Fs: Femtosaniye lazer

TS: Tribokimyasal silika

°C : Santigrad Derece

12ce-TZP : %12 mol seryum ile stabilize zirkonya

Y-TZP : Yitriyum ile stabilize edilmiş tetragonal zirkonya polikristalin seramik

3Y-TZP : 3 mol yitriyum ile stabilize edilmiş tetragonal zirkonya polikristali

5Y-TZP : 5 mol yitriyum ile stabilize edilmiş tetragonal zirkonya polikristali

Al₂O₃.2SiO₂.2H₂O : Kaolin

Al₂O₃ : Alümina, Alüminyum oksit

CaO : Kalsiyum oksit

CeO₂ : Seryum oksit

CIP : Soğuk izostatik presleme

CO₂ : Karbondioksit

Dk : Dakika

Er,Cr:YSGG : Erbium, Chromium: Yitriyum Scandium Gallium Garnet

Er:YAG : Erbium: Yitriyum Alüminyum Garnet

GPa : Gigapaskal

HF : Hidroflorik Asit

PSZ : Kısmi stabil zirkonya

HIP : Tam sinterize

nonHIP : Presinterize

Hz : Hertz

KAlSi₃O₈ : Feldspar

LTD : Düşük ısı bozunması

M : Monoklinik

MDP : Metakriloksidekil-dihidrojen fosfat

MgO : Magnezya

Mg-PSZ : Magnezyum katyonu ilave edilmiş kısmi stabilize zirkonya

mm : Milimetre

MPa : Megapaskal

Nm : Nanometre

SEM :Taramalı elektron mikroskobu
SiO₂ :Kuars
Sn :Saniye
T :Tetragonal
Y₂O₃ :Yittriyum oksit
Zr :Zirkonyum
ZrO₂ :Zirkonyum oksit
ZTA :Zirkonya ile güçlendirilmiş alümina
µm :Mikrometre



TABLÖLAR DİZİNİ

Tablo 3.1. Çalışmada kullanılan materyaller	37
Tablo 3.2. Çalışmada kullanılan cihazlar.....	38
Tablo 3.3. Deney grupları ve uygulanan işlemler.....	41
Tablo 3.4. Zirkonya örneklerin sinterlenme programı	45
Tablo 4.1. Çalışmada kullanılan örneklerin pürüzlülük değerleri	65
Tablo 4.2. Makaslama Bağlanma Dayanımı MPa cinsinden istatistiksel sonuçları.....	66
Tablo 4.3. Çalışmada yer alan gruplar ve başarısızlık tipi sayısı.....	71

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Tam seramik ve seramik benzeri materyallerin önerilen sınıflandırması[36].	6
Şekil 2.2. Zirkonyanın kristal fazları.	12
Şekil 2.3. Faz değişimi [44]	14
Şekil 2.4. Tetragonal-monoklinik faz dönüşümü sırasında mikro çatlak oluşumu ve ilerleyen bir çatlağın dallanması veya yön değiştirmesi [64].	14
Şekil 2.5. Y_2O_3 konsantrasyonunun partikül boyutuna etkisi [70].	16
Şekil 2.6. Yaşlanma sürecinin şematik görünümü (Dönüşüme uğramış grenler gri renkte ve bu grenlerin etrafındaki suyun penetrasyonu kırmızı renkte gösterilmiştir.) [74].	17
Şekil 2.7. Zirkonya yüzey bozulmasının şematik görünümü [74].	17
Şekil 2.8. Y_2O_3 konsantrasyonunun sinterleme derecesine etkisi.	23
Şekil 4.1 Kontrol grubunun SEM analizi görüntüleri	56
Şekil 4.2 SÖT grubunun SEM analizi görüntüleri	57
Şekil 4.3 SÖF grubunun SEM analizi görüntüleri	57
Şekil 4.4 SÖT+SST grubunun SEM analizi görüntüleri	58
Şekil 4.5 SÖF+SST grubunun SEM analizi görüntüleri	58
Şekil 4.6 SST grubunun SEM analizi görüntüleri	59
Şekil 4.7 SSF grubunun SEM analizi görüntüleri	59
Şekil 4.8 SSF+SST grubunun SEM analizi görüntüleri	60
Şekil 4.9 SST+SSF grubunun SEM analizi görüntüleri	60
Şekil 4.10 Kontrol grubuna ait optik profilometre görüntüsü	61
Şekil 4.11 Grup 2'ye (SÖT) ait optik profilometre görüntüsü	61
Şekil 4.12 Grup 3'e (SÖF) ait optik profilometre görüntüsü	62

Şekil 4.13 Grup 4'e (SÖT+SST) ait optik profilometre görüntüsü	62
Şekil 4.14 Grup 5'e (SÖF+SST) ait optik profilometre görüntüsü	63
Şekil 4.15 Grup 6'ya (SST) ait optik profilometre görüntüsü.....	63
Şekil 4.16 Grup 7'ye (SSF) ait optik profilometre görüntüsü	64
Şekil 4.17 Grup 8'e (SSF+SST) ait optik profilometre görüntüsü.....	64
Şekil 4.18 Grup 9'a (SST+SSF) ait optik profilometre görüntüsü.....	65
Şekil 4.19 Zirkonya örneklerin X-ray difraktometri grafiği.....	69
Şekil 4.19. Adeziv kopma	72
Şekil 4.20. Koheziv kopma	72
Şekil 4.21. Karışık kopma.....	72

RESİMLER DİZİNİ

Resim 3.1. Çalışmada kullanılan translüsent zirkonyum blok	39
Resim 3.2 Isomet hassas kesme cihazı	40
Resim 3.3 Araştırmada kullanılan tüm örnekler	40
Resim 3.4 Çalışmada kullanılan cojet kumu.....	42
Resim 3.5 Zirkonya örnekler Cojet'in uygulanması	42
Resim 3.6 Çalışmada kullanılan femtosaniye lazer cihazı.....	43
Resim 3.7 Femtosaniye lazer ile uygulanan şeklin programda ve seramik yüzeyde görüntüsü	44
Şekil 3.8 Redon magma sinterleme fırını.....	46
Şekil 3.9 Ultrasonik temizleme cihazı.	47
Resim 3.10 Profilometre cihazı ile yüzey pürüzlülüğü ölçümü	48
Resim 3.11 Çalışmada kullanılan SEM cihazı	49
Resim 3.12 X ışını kırınım cihazı	50
Resim 3.13 Örnekler primer uygulanması ve hava ile kurutulması	51
Resim 3.14 Teflon aperey ve hazırlanan silikon kalıp	52
Resim 3.15 Örnekler siman uygulanması ve simanın polimerizasyonu.....	52
Resim 3.16 Bağlandıktan sonra örneklerin görünümü.....	52
Resim 3.17 Etüv cihazı	53
Resim 3.18 Universal test cihazı ve uygulama aparatı	54
Resim 3.19 Başarısızlık tiplerinin belirlendiği stereomikroskop ve bilgisayar düzeneği	55

GRAFİKLER DİZİNİ

Grafik 4.1. Monolitik zirkonya örneklerin yüzey işlemlerine göre ortalama bağlanma dayanımı değerleri.	68
Grafik 4.2 Grupların göreceli monoklinik faz oranları	70



1. GİRİŞ

Metal-seramik restorasyonlar, uzun süredir sabit protetik restorasyonlarda kullanılan ve kanıtlanmış tedavi seçeneklerindendir. Bu tip restorasyonların kabul edilebilir estetik özelliklerinin ve uzun dönem başarılarının yanında, üretim aşamasında yaşanabilen distorsiyonlar, servikal bölgede gri yansımalar ve olası metal alerjileri gibi dezavantajları da bulunmaktadır [1]. Son yıllarda, silika bazlı malzemelere ve porselenlere oranla daha çok kırılma dayanıklılığına sahip zirkonya esaslı seramik malzemeler geliştirilmiştir [2]. Hastaların estetik beklentilerinin giderek artması sonucu, metal destekli seramik restorasyonlara alternatif olarak, tam seramik restorasyonların kullanımı gün geçtikçe daha yaygın hale gelmektedir [3, 4]. Ancak yüksek biyouyumluluk ve üstün optik özellikler gibi avantajlarının yanında tam seramik restorasyonlar, düşük kırılma direncine sahiptir ve bu nedenle bazı durumlarda kullanımları riskli olabilir [5]. Yüksek mukavemetin gerekli olduğu vakalarda optimal bükülme ve kırılma direnci özelliklerine sahip zirkonya altyapılı seramik restorasyonların kullanımı düşünülebilir.

Alt yapı materyali olarak kullanılan ilk nesil zirkonya, polikristalin mikroyapısı sebebiyle beyaz renklidir ve metal altyapıya kıyasla en önemli avantajı diş etinden mavimsi gri renk yansımalarına neden olmamasıdır [6, 7]. Ancak, zirkonya altyapı opak renklidir ve ışık geçirgenliği oldukça düşüktür [8]. Düşük translüsensi özelliği ve opak beyaz rengi restorasyonun estetik özelliklerini negatif yönde etkilenmektedir [9]. İlk nesil zirkonyum oksitler altyapı materyali olarak kullanılırken üzeri veneer porseleni ile kaplanarak estetik özellikleri geliştirilmeye çalışılmıştır. İki tabakalı olarak üretilen zirkonya alt yapı seramik restorasyonlarda en çok görülen başarısızlık nedeni ise alt yapı ile veneer porseleni arasındaki bağlantı problemi [10]. Bu bağlantı sorunu sebebiyle tam anatomik monolitik zirkonya seramik restorasyonlar kullanıma sunulmuştur.

Son dönemde Bilgisayar destekli tasarım/Bilgisayar destekli üretim (CAD/CAM) teknolojisindeki gelişmelerin sonucunda, yüksek mukavemetli tetragonal zirkonyum polikristal (TZP) ilavesiyle kolay üretilebilen, estetik gereksinimleri karşılayabilen,

veneer seramiđi kullanılmadıđı için ince hazırlanabilen ve böylelikle daha az diř kesimi gerektiren tam konturlu monolitik restorasyonlar üretilebilmektedir [11, 12].

İndirekt restorasyonların ömrünü ve prognozunu belirleyen en önemli faktörlerden biri olması nedeni ile restorasyon-siman arayüzü bağlantısı en çok üzerinde durulan konulardan olmakla birlikte, bu çalışmanın amacı translüsent monolitik zirkonyum materyalinin rezin siman ile bağlantısının, farklı sinterleme aşamalarında uygulanan farklı yüzey işlemlerinin etkisinin incelenmesidir.



2. GENEL BİLGİLER

2.1.Dental Seramikler

Adını Yunanca’da topraktan üretilen anlamına gelmekte olan “keramikos” kelimesinden alan seramikler silika yapısında olan malzemelerdir. Temel olarak, bir ya da daha fazla yarı metalik veya metalik element oksijen ile tepkimeye girmesiyle oluşan inorganik ve ametalik yapılardır [13]. Kuartz, feldspar ve kaolinin yüksek sıcaklıkta fırınlanması ile oluşturulan özel bir seramik türü olan porselen ise daha kısıtlayıcı olan bir terimdir [14].

Dental seramikler, eksik veya zarar görmüş dişlerin restore edilmesinde fazlaca kullanılmaktadır. Kimyasal içeriği, üretim tekniği ve fiziksel özelliklerine göre farklılık gösteren birçok seramik çeşidi geliştirilmiştir [3].

Dental porselenler terimi ise; cam matriks içerisinde rastgele dağılmış halde bulunan farklı kristal partiküllerini tanımlayan dayanıklı seramik materyalleridir. Cam matriks düzensiz bağları nedeniyle zayıf ve transparandır. Kristalin yapının ise atomik dizilimi düzenli olmakla birlikte daha dayanıklı ve opaktır [15].

2.2.Dental Seramiğin Tarihçesi

Porselen yüzyıllar boyunca çeşitli şekillerde kullanılmıştır. Porselenin ilk ne zaman başarıyla kullanıldığını bilmek imkansız olsa da Çinliler’in 9. yüzyılda porselen ile çalışmaya başladığı bilinmektedir. 1700’lü yıllarda, Fransa ve daha sonra İngiltere, yemek tabaklarının ve çeşitli sanatsal nesnelerin imalatı için porseleni kullanmıştır [16].

18. yüzyılda, diş hekimliğinde, bu malzemeyi protez kaidelerinin üretimi için ilk kullanan kişi Parisli bir eczacı olan Alexis Duchateau olmuştur. Dubois de Chemant, porselen ile dental protezler üretmek için, birkaç yıl sonra patent almıştır [17].

1889’da Doktor Charles Land platin matriks üzerine seramik şekillendirmiştir. 1900’lü yılların başından itibaren yüksek ısıda pişirilen seramikler ile veneer kronların üretimi

rutin olarak kullanılmaya başlanmıştır. 1907’de William H. Taggart diş hekimliğinde ilk kez yeni bir döküm sistemi geliştirerek döküm örneği yapımında mum kullanmıştır [18].

1910 ve 1918 yıllarında Fishes, ilk kez dental seramik ve diğer malzemelerin mekanik özelliklerini araştırmıştır. Dr. Alber Le Gro’nun ‘Ceramics in Dentistry’ isimli kitabı 1925’te yayınlanmıştır [19].

1930-1940 yıllarında dental seramikler, pişirme ısılarına göre; düşük ısı (850-1050°C), orta ısı (1050-1200°C) ve yüksek ısı seramiği (1200-1450°C) olarak sınıflandırılmıştır. 1930’larda yüksek ısı seramiği kron ve köprü yapımında daha fazla kullanılırken, 1940-1950’lerde ise orta ve düşük ısı seramikleri daha yaygın şekilde kullanılmıştır. 1940’larda dental seramiklerin vakum altında pişirme tekniği bulunmuştur. Pişirmenin düşük atmosfer basıncında yapılmasıyla, seramik restorasyonların translüsentliği geliştirilmiştir. Seramiğin vakum altında fırınlanmasıyla daha az porözite olduğu gözlenmiştir [20].

1962 yılında, soy metal alaşımları ile seramik arasındaki bağlantı geliştirilmiştir. S. Katz, A.B. Weinstein ve M. Weinstein metal destekli seramik restorasyon üretim yönteminin patentini almışlardır [21].

Metal destekli seramik restorasyonlarda yüksek oranda başarı görülmesine rağmen metaldeki estetik yetersizlik, biyolojik olarak uyumsuzluk, alerjenik yapı gibi negatif özellikler sebebiyle tam seramik restorasyonlara yönelim artmıştır [22].

Tam seramik sistemler farklı tipte kristal fazlar kullanır. Kristal fazların doğası, miktarı, parçacık boyutu ve termal genleşme katsayısı, malzemelerin mekanik ve optik özelliklerini etkiler [23]. 1965 yılında Mclean ve Hughes, alüminyum oksit parçacıklarının %70 hacim eklenmesiyle feldspatik camın güçlendirilmesini, böylece mukavemeti ve kırılma direncini arttırdığını bildirmişlerdir [24]. Fakat estetik görünüm elde etmek amacıyla; opak olan alüminöz kor seramiğin feldspatik seramik ile maskelemeye ihtiyacın olması ve fırınlanma esnasında oluşan yüksek büzülme oranının (%15-20) marjinal uyumun sağlanmasında zorluk yaşanması gibi olumsuz yönleri olmuştur[22].

Tam seramik restorasyonların uygulama alanlarını artıran alüminyum oksit, zirkonyum oksit ve lityum disilikat gibi materyaller seramik alt yapıda kullanılmıştır [25].

1980'lerin başlarında cam kristalizasyon ve konvansiyonel mum atımı yönteminin kombine olarak kullanılmasıyla, mika içerikli cam seramik olan Dicor (% 45 cam ve % 55 kristalin tetrasilisik mika) tanıtılmıştır [26]. Aynı dönemde Brugges tarafından alümina miktarı %75 olan Hi-ceram (Vita Zahnfabrik) geliştirmiştir. Fakat opak görüntüsü ve bükülme mukavemetinin düşük olması gibi sebeplerle kullanımı sınırlı olmuştur [27].

Sadoun'un 1989 yılında yaptığı çalışmalarda, tek ve 3 üyeli estetik anterior restorasyonların yapılmasını sağlayan yüksek dayanıma sahip olan In-Ceram (Vita Zahnfabrik) sistemi geliştirilmiştir [28].

1900'lü yılların başlarında Zürih Üniversitesi Diş Hekimiği Enstitüsü'nde preslenebilir cam seramikler olan, yaklaşık %34 hacminde lösit içeren, ısı ve basınç altında hazırlanan, kırılma dayanımı 130 MPa olan IPS Empress (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) tanıtılmıştır [29, 30].

1994'de In-Ceram Alumina'nın opak yapısına alternatif olarak, In-Ceram Spinell (VITA Zahnfabrik, Bad Sackingen, Almanya) geliştirilmiştir. Magnezya ve alümina karışımı ($MgAl_2O_4$) içermesi nedeni ile altyapıda yarı saydam özellik sağlamaktadır [28].

2000'de zirkonyum oksit içeren Cercon sistemi (DeguDent GmbH, Hanau, Almanya) piyasaya tanıtılmıştır. Posterior dişlerde çok üyeli köprülerde kullanıma imkan sağlayan bir sistemdir [31].

2002 yılında yarı sinterize Y-TZP bloklar kullanılarak oluşturulan Lava tam seramik sistemi (3M ESPE, Seefeld, Almanya) piyasaya tanıtılmıştır. 2005 yılında ise IPS e.max Press geliştirilmiş ve piyasaya sunulmuştur. Seramiğin ısı ve basınç altında üretimi yapılarak fiziksel özellikleri ve şeffaflığı artırılmıştır [29].

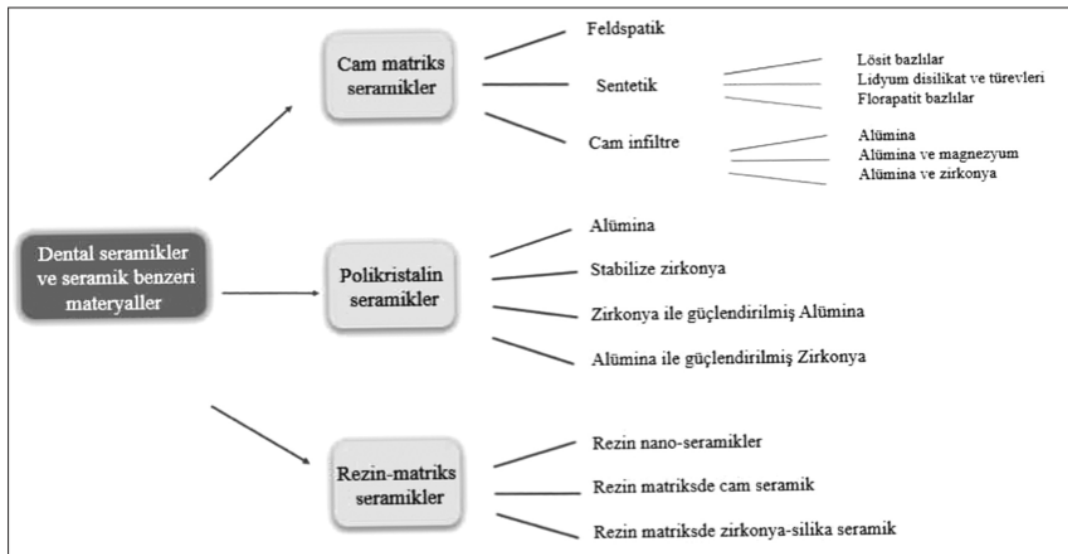
2004'ten itibaren kron ve köprü üretiminde zirkonya kullanılmaya başlanmıştır [32]. Tam seramik restorasyonlar içinde yttrium ile stabilize edilmiş tetragonal zirkonya

polikristalinin (Y-TZP) CAD/CAM ile hazırlanması mekanik özelliklerinin üstünlüğü sebebiyle popüler olmuştur [33]. Son yıllarda vener seramik üst yapı içermeyen, tek başına kullanılabilen monolitik zirkonya seramikler üretilmiştir [34].

Son yıllarda, bilgisayar destekli tasarım/bilgisayar destekli üretim (CAD/CAM) sistemlerindeki gelişmeler ile birlikte zirkonya esaslı seramikler, cam seramikler ve polikristalin alümina seramikler gibi yeni malzemeler tanıtılmıştır [35].

2.3.Dental seramiklerin sınıflandırılması

Seramik malzemeleri ayırt etmek için kullanılan kriterler, kimyasal bileşimlerdeki faz veya fazlara dayanmaktadır. Bu sebeple, tam seramik materyal, cam matris fazının bulunup bulunmadığına (cam matris seramikler), bulunmamasına (polikristalin seramikler) ya da malzemenin seramik parçacıklarla doldurulmuş organik matriks ihtiva edip etmemesine (reçine matris seramikler) göre sınıflandırılır. Ayrıca üreticilerin farklı materyaller için klinik endikasyonları, üretim yöntemleri ve bunların altyapı materyali ya da monolitik restorasyonlar olarak kullanılıp kullanılmamasıyla ilgili genel bir bakış sunmaktadır [36]. (şekil 2.1).



Şekil 2.1. Tam seramik ve seramik benzeri materyallerin önerilen sınıflandırılması[36].

2.3.1. Cam Matriks Seramikler

Metalik olmayan cam fazı içeren inorganik seramik materyallerdir. Kendi aralarına 3 gruba ayrılmaktadır.

2.3.1.1. Feldspatik Seramikler

Bu geleneksel seramik grubu, kuvars (SiO_2), kil/kaolin ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ve doğal olarak oluşan feldspardan (KAlSi_3O_8) oluşan üçlü sistemden oluşmaktadır.

Potasyum feldspar, miktarına bağlı olarak restorasyonun iç dayanımını artıran ve porseleni metal alt yapılara uygun şekle getiren (termal genleşme kat sayısının düzenlenmesi) lösit kristallerini oluşturmaktadır [37].

Bu materyaller; lityum disilikat, zirkonyum, metal alaşımlar gibi seramiklerin veneer materyali olarak ya da onley, inley ve laminalarda estetik materyal olarak tek başına kullanılmaktadır [36].

2.3.1.2. Sentetik Cam Seramikler

Seramik endüstrisi, ham maddelerin doğal kaynaklarına ve bu kaynakların doğasında var olan çeşitliliğine daha az bağımlı kalabilmek amacıyla sentetik materyaller kullanmıştır. Sentetik cam seramiklerin mekanik özellikleri içsel ve dışsal faktörler tarafından belirlenmektedir. Bileşenleri üretici firmaya göre çeşitlilik gösterebilmekte ancak yaygın olarak potasyum oksit (K_2O), silikon dioksit (SiO_2), alüminyum oksit (Al_2O_3) ve sodyum oksit (Na_2O) içermektedir. Cam fazları, daha fazla mukavemet ve metallerle termal genleşme olarak uyumluluğu nedeniyle lösit ve apatit kristalleri ile kombine edilebilmektedir. Tam seramik restorasyonların alt yapı materyali olarak kullanıldığında, üst yapının ısı genleşme katsayısına uyum sağlayacak şekilde modifiye edilmektedirler [38].

2.3.1.3. Cam İnfiltre Seramikler

1989'da piyasaya çıkan In-Ceram Alümina (slip-casting), ilk cam infiltre materyalidir ve kalıba döküm yöntemi kullanılarak üretilmektedir. Yoğun olarak sıkıştırılmış olan Al_2O_3 bulamacı refrakter kalıba dökülür ve alümin partiküllerinin poröz iskeleti

ortaya çıktıktan sonra ikinci aşamada dayanıklılık artışı için cam infiltrasyonu gerçekleştirilir. Üç farklı alümin partikül boyutu gözlenmektedir ki bunlar fasetli partiküller (1-4 μm çapında), büyük ve uzun tanecikler (10 -12 μm uzunluk ve 2.5 -4 μm genişlik) ve çapı 1 μm 'den küçük küresel (sferik) partiküllerdir. Opasitesi sebebiyle porselen veneerlerde kullanımında tabakalama gerekmektedir [36]. 1994'te piyasaya sunulan In-Ceram Spinell de benzer yöntemle üretilmekte fakat cam sentetik olarak üretilmiş poröz magnezyum aluminat (MgAl_2O_4) kor üzerine infiltre edilmektedir. In-Ceram Zirconia ise In-Ceram Alumina'nın seramiğin dayanıklılığını artırmak amacıyla Al_2O_3 kompozisyonuna, kısmen stabilize edilmiş zirkonya oksitin ilavesiyle elde edilen bir modifikasyonudur. Bu sınıf materyallerin kullanımı lityum disilikat ve zirkonyanın özellikle de CAD/CAM üretimindeki artan popülerlik nedeniyle azalmıştır [39].

2.3.2. Polikristalin Seramikler

Polikristalin grubuna dâhil edilen seramiklerin temel özelliği dayanıklılık ve kırılma dayanımı veren küçük tanecikli kristal yapıdır ancak sınırlı translusens özellikleri vardır. Ayrıca, cam fazı olmadığı için polikristalin seramiklerin hidroflorik asit ile dağlanması zorlaşmakta ve daha uzun süreler ya da daha yüksek sıcaklıklarda asitleme gerektirmektedir [40].

2.3.2.1. Alümina

Bu materyal yüksek yoğunluklu alüminyum oksit (Al_2O_3) 'den (%99,5'e kadar) oluşmaktadır. 1990'ların ortalarında ilk olarak CAD/CAM ile üretilmesi için kor materyali olarak Nobel Biocare tarafından piyasaya tanıtılmıştır. Yüksek dayanıklılığa ve çok yüksek bir sertliğe (17-20 GPa) sahiptir. Tüm dental seramikler içinde en yüksek elastikiyet modülüne ($E=300$ GPa) sahip olan materyaldir [41]. Bu durum alüminayı büyük cusp kırıklarına karşı daha kırılğan hale getirmektedir [42]. Yapılan işlemler seramikte faz dönüşümüne sebep olmadığından sinterlenmiş durumda yeniden şekillendirme yapılabilir. Stabilize zirkonya gibi geliştirilmiş mekanik özelliklere sahip malzemelerin artan kullanımı, alümina kullanımının azalmasına yol açmıştır [43].

2.3.2.2. Stabilize Zirkonya

Zirkonyum; Hekzagonal kristal yapıda olup, beyaz renkli parlak gümüşü bir metaldir. Zargon kelimesinden türetilmiştir ve Arapça'da, altın rengi anlamına gelmektedir. Periyodik cetvelde bulunan 4B grubundaki bir geçiş elementidir [44].

Doğada serbest halde bulunmamakla birlikte serbest oksitler (ZrO_2) ya da Silikat oksitleri ($ZrO_2 \times SiO_2$) ile bileşik yapmaktadır. Zirkonyum oksit (ZrO_2) (Zirkonya, baddeleyit) ve zirkonyum silikat ($ZrSiO_4$) (Zirkon) en çok bilinen bileşiklerin başında gelmektedir [45]. Yaklaşık 200 MPa olan Elastiklik modülüne sahiptir ve 9-10 MPa kırılma dayanımı gösterir [46]. 1000-1300 Vickers sertlik değeriyle dental alaşımların yaklaşık 4-5 katıdır [47].

Polimorfik bir materyal olan saf zirkonya; malzemenin sıcaklığına bağlı olarak üç kristalografik yapıdan meydana gelmektedir. Bu fenomen allotropi olarak isimlendirilmektedir. Çünkü farklı yapılar, farklı bir atomik düzenlemeye sahip olup aynı kimyasal bileşimi oluşturur. Zirkonya (ZrO_2) polimorfik bir materyaldir ve zirkonya kristalleri kübik (k), tetragonal (t) ve monoklinik (m) olarak isimlendirilen üç farklı kristal mikroyapıya sahiptir. Zirkonya oda sıcaklığında monoklinik fazdadır ve stabil değildir. Oda sıcaklığından itibaren 1170 °C'ye kadar bu fazda kalır. Bu sıcaklığın (1170 °C) üzerinde tetragonal faza geçer. 2370 °C'nin üzerinde ise kübik faza geçer, 2680 °C olan ergime noktasına kadar bu fazda kalır [44].

Zirkonya, fırınlama sıcaklığında tetragonal fazda iken oda sıcaklığında monoklinik fazdadır. Fırınlama sonrasında, oda sıcaklığında soğuma aşamasında faz dönüşümü meydana gelmektedir. Bu faz dönüşümü hacim artışına sebep olmaktadır. Bu durumun mekanik olarak dayanıklılığa olumlu etkisi olurken aynı zamanda kontrollü olması gerekmektedir. Aksi takdirde bu hacim artışı olması gerekenden fazla olursa kırıklara neden olabilmektedir [48].

Kabul edilebilir maksimum monoklinik faz miktarı %25'tir. Bunun önlenmesi için faz dönüşümünü engelleyecek stabilizatörler gündeme gelmiştir. Yaygın olarak , bir tetragonal stabilizasyonu için %3 mol (ağırlıkça %5,1) ve kübik bir Y-TZP (yitriyum ile stabilize tetragonal zirkonya polikristalin seramik) formunun stabilizasyonu için %8 mol içeriğindeki yitriyum (Y_2O_3) kullanılmaktadır [49].

Zirkonya seramiklerinin, mikro yapılarına göre tamamen stabilize edilmiş zirkonya (FSZ), kısmen stabilize edilmiş zirkonya (PSZ) ve tetragonal zirkonya polikristalleri (TZP) olarak sınıflandırılması önerilmiştir. FSZ'de zirkonya kübik formdadır ve %8 molden fazla yitrium oksit (Y_2O_3) içerir. PSZ, kübik bir matris içinde nano-boyutlu tetragonal veya monoklinik partiküllerden oluşur ve TZP'ler, çoğunlukla itriya veya serya ile stabilize edilmiş esas olarak tetragonal fazda olan monolitik materyaldir. Dental zirkonyalardan en yaygın olarak kullanılanı Y-TZP'dir, çünkü bu form sinterlenmesinden ve işlenmesinden sonra en fazla dayanıma ve kırılma tokluğuna sahiptir [50].

Diş hekimliğinde zirkonyanın birçok alanda kullanım endikasyonu bulunmaktadır. Bunlar; altyapı malzemesi, implant destekli sabit restorasyonlarda abutment, implant materyali, ortodontik braketlerde ve monolitik restorasyonlardır.

2.3.2.3. Alümina ile Güçlendirilmiş Zirkonya ve Zirkonya ile Güçlendirilmiş Alümina

Zirkonya genel olarak tetragonal evrede kısmen stabilize şekilde bulunduğu ve alümina da orta düzey sertlik sergilediği için mikro ya da nano ölçekte yapılarla alümina-zirkonya (ATZ) ya da zirkonya-alümina (ZTA) bileşenlerinin geliştirilmesine yönelik bir eğilim mevcuttur. 1976'da Claussen ilk olarak alüminaya stabilize olmayan zirkonya eklenmesinin; çatlak etkileşimi ve zirkonyanın tetragonalden monoklinik faza dönüşümü sırasında oluşan önceden var olan mikro çatlaklar arasındaki etkileşimler nedeniyle alüminanın kırılma dayanımını artırdığını açıklamıştır [51]

Zirkonya ya da alüminanın bileşen yapı içerisindeki yüzdesi değiştirilebilir ve isteğe göre ayarlanabilir. Sınıflandırma amacıyla yazarlar tarafından yapılan öneri şu şekildedir: ATZ'nin ağırlık olarak >50% Zr içermesi, ZTA ağırlık olarak > 50% Al içermesi gerekmektedir. Bu birleşik malzemelerin Y-TZP ile karşılaştırıldığında avantajları, düşük sıcaklıkta degradasyona direnç, kırılma dayanımı, daha yüksek dayanıklılık ve Y-TZP ile karşılaştırıldığında neredeyse iki kat döngüsel yorgunluk direncidir [52].

2.3.3. Rezin Matriks Seramikler

2013'te Amerikan Diş Hekimliği Birliği (ADA) tarafından seramik / porselen terimini 'seramikler, camlar, porselenler ve cam-seramikler dahil, fırınlanmış, preslenmiş, öğütülmüş, parlatılmış ve ağırlıklı olarak inorganik refrakter bileşikler içeren malzemeler' olarak adlandırmıştır. Bu nedenle, rezin matriks seramikler, bir organik fazın (polimer) varlığına bakılmadan, ağırlıklı olarak (ağırlıkça > %50) dayanıklı inorganik bileşiklerden oluştukları için bu kategoriye uygun bulunmuştur [36].

Rezin matriks seramikler; seramiklerin dayanıklılığı ve renk stabilitesi ile kompozitlerin düşük karşıt diş aşındırma ve kolay işlenebilmesi avantajlarını bir araya getirmişlerdir [53]. Bu seramiklerin dentine yakın elastite modülleri vardır. Bu sebeple işlenmesi ve frezelenmesi daha kolay olmaktadır. Üretildikten sonra uyumlanabilmesi ve ağız içi tamiri daha kolaydır ve ekstra fırınlama gerektirmez. Adeziv simanlarla bağlantısının iyi olması, antagonist dişte aşındırma meydana getirmemesi ve minimal preparasyona olanak sağlaması başlıca avantajlarıdır [54].

2.4. Zirkonya

2.4.1. Zirkonyanın Mikroyapılarına Göre Sınıflandırılması

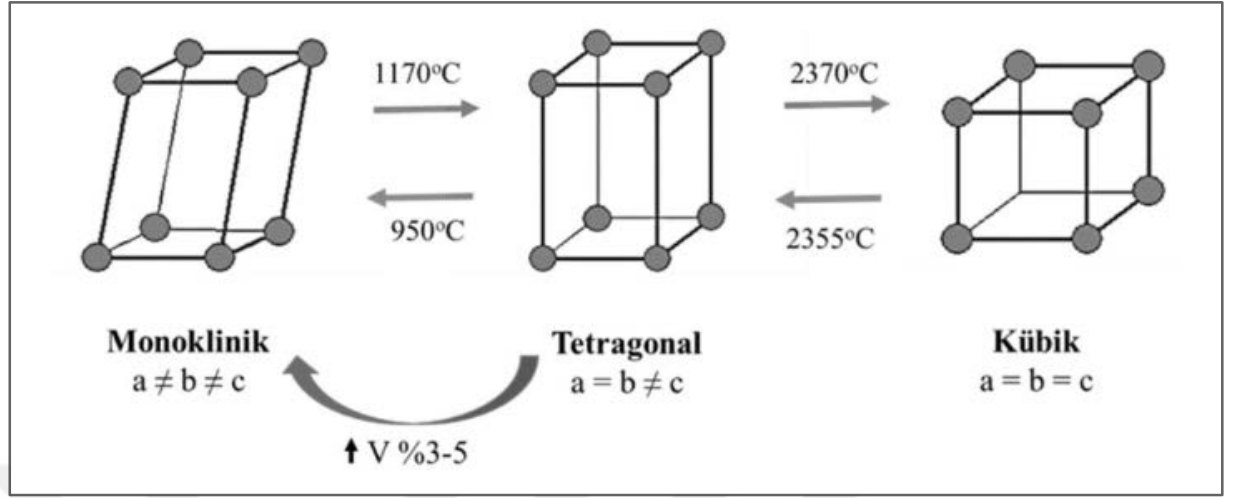
2.4.1.1. Stabil Olmayan 'Saf' Zirkonya (Unstabilized 'Pure' Zirconia)

Zirkonya, polimorf yapıda bir metaldir ve oldukça küçük çaplı, ortalama 0,5 µm boyundaki taneciklerden oluşur. Uygulanan sıcaklığa bağlı olarak polimorfik yapısı değişebilir. Üç tane kristal fazlan oluşan zirkonyalar monoklinik, tetragonal, kübik fazlarından oluşmaktadır.

- Monoklinik faz (m): Zirkonya oda sıcaklığında bu fazda olup, 1170 °C 'ye kadar stabildir.
- Tetragonal faz (t): Zirkonya 1170 ila 2370 °C aralığında tetragonal fazdadır.
- Kübik faz (k): Zirkonya 2370 ila 2680 °C aralığında kübik fazdadır [44].

Zirkonya, soğuma sırasında tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşürken %3 ile %5 arasında bir hacim artışı görülmektedir (Şekil 2.2). Monoklinik faza yüksek oranda

dönüşüm ise ileri derece kırıklara ve yapının zayıflamasına sebep olmaktadır. Kabul edilebilir en yüksek monoklinik faz miktarı %25'tir [55].



Şekil 2.2. Zirkonyanın kristal fazları

2.4.1.2. Kısmi Stabil Zirkonya (Partially Stabilized Zirconia ‘Psz’)

Sadece yüksek sıcaklıklarda stabil olan tetragonal fazın oda sıcaklığında stabil olabilmesi için yapıya çeşitli metal oksitler eklenerek kısmi olarak stabil zirkonyum oksit elde edilir [56].

Ruff ve ark. oluşan kübik fazın oda sıcaklığında stabilize halde kalabilmesi için, saf zirkonyuma düşük oranlarda kalsiyum oksit (CaO) eklenmiştir. İlerleyen yıllarda yapıya CaO yerine magnezyum oksit (MgO), seryum oksit (CeO₂) ve yitriyum oksit (Y₂O₃) gibi stabilize eden oksitler eklenerek zirkonyumun mekanik özelliklerinin iyileşmesi amaçlanmıştır [57, 58].

Saf zirkonyaya, Y₂O₃, MgO ve CaO gibi oksitlerin eklenmesi ile bu malzemenin ısı işlemlere tabii tutulması sonucunda verdiği tepkiler değişiklik göstermektedir. Bu stabilizatörlerin eklenmesi ile saf zirkonya, sıcaklık 1000°C'nin üzerine çıktığında tetragonal faza geçer fakat tekrar oda sıcaklığına düştüğü zaman saf zirkonyadan farklı olarak materyal, tetragonal ile kübik fazın karışımı şeklinde bulunmaktadır. Bu ilaveler nihayetinde yapı, ısı işlemler sonucunda yarı stabil zirkonya (PSZ) halini almaktadır. Oda sıcaklığında PSZ'nin yapısı sonuç olarak, çoğunlukla kübik faz,

düşük oranlarda monoklinik ve tetragonal fazdan oluşmaktadır. Kristaller arasında cam matriks bulunmamasıyla normal diş hekimliği seramiğinden ayrılmaktadır [44, 59].

Y_2O_3 , stabilizatör oksit olarak daha çok tercih edilmektedir çünkü diğer metal oksitlere oranla mekanik özellikleri daha üstündür. % 2-3 oranında Y_2O_3 , saf zirkonyuma eklendiğinde, tetragonal zirkonyum oksit polikristali (Y-TZP) elde edilmektedir. Bu Y-TZP polikristali, oda sıcaklığında tetragonal fazdan oluşur ve çok ince partikül boyutlarına sahiptir [58]. Oda sıcaklığında tetragonal faz stabilize edilse de, bu durum geri dönebilen bir olgudur. Yapı içerisinde tetragonal fazı tekrar monoklinik faza dönüştürebilen bir enerji bulunmaktadır. Eklenen Y_2O_3 miktarı ve partikül boyutu malzemenin mekanik özelliklerini etkilemektedir [60].

Zirkonyum oksitin kuvvetler karşısında kırılma mukavemetini açıklayan, 'ısı genleşme katsayısı farkı' ve 'iç stres oluşumu' olmak üzere iki teori vardır.

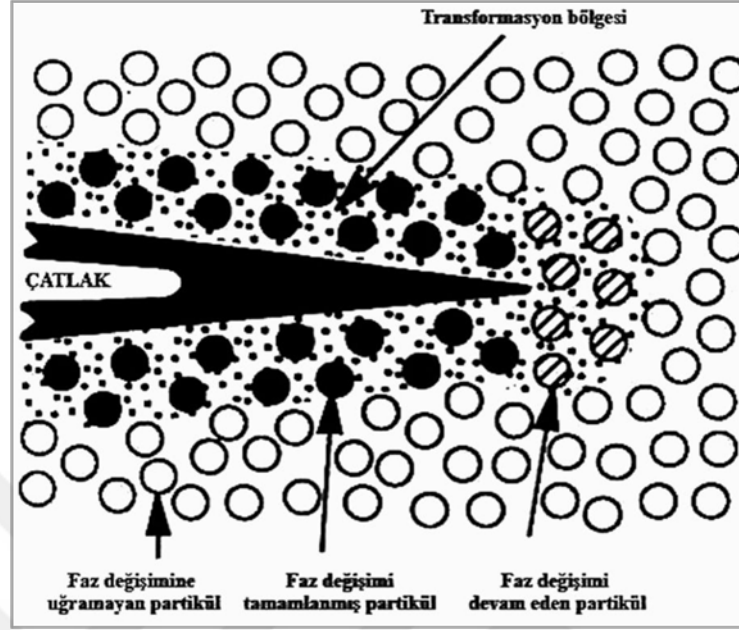
Isı genleşme katsayısı farkı

Zirkonya içerisindeki tetragonal faz ve kübik faz arasında ısı genleşme katsayısı farkı bulunmaktadır. Kübik fazın ısı genleşme katsayısı $10,5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$ iken tetragonal fazın katsayısı $6,5 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}$ 'dir. Bu farklılık, ısı işlemler esnasında yapı içerisinde mikroçatlaklar oluşturup iç gerilim meydana getirmektedir. Bu iç gerilimin oluşması da ileride oluşabilecek daha büyük çatlakların enerjisini dağıtarak çatlakların ilerlemesini engelleyici bir etki göstermektedir [44].

İç stres oluşumu

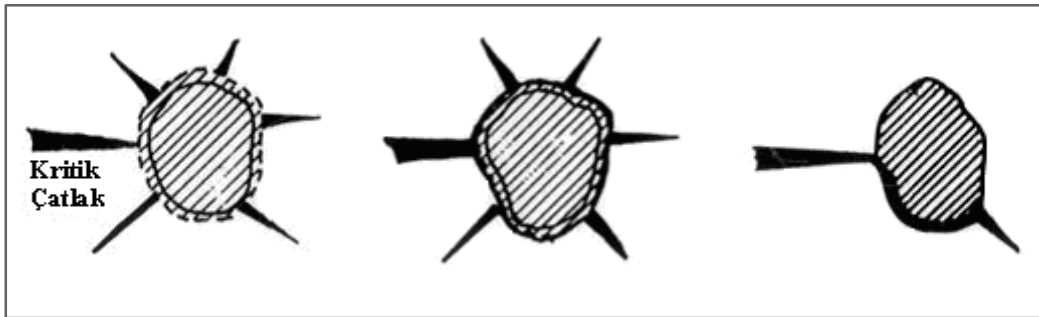
Kısmi stabilize zirkonyaya dışardan bir yük uygulandığı sırada kübik matriksin içinde düzenli bir şekilde dağılan tetragonal faz, bu baskı sonucu monoklinik faza dönüşür. Monoklinik faz daha hacimlidir. Bu dönüşümle elde edilen hacim genişlemesi, çatlak ucunda sıkıştırıcı kuvvetlere sebep olur. Bu durum, çatlağın ilerlemesini engeller çünkü çatlağın ilerleyebilmesi için daha fazla enerji gerekmektedir. Bu durum parsiyel stabilize zirkonyaların kırılma direncini arttırmaktadır [61]. Bu mekanizma 'dönüşüm sertleşmesi' ya da 'faz dönüşümü sertleşmesi' olarak adlandırılmaktadır (Şekil 2.3)

[62]. Zirkonya, diğer polikristalin seramiklerde bulunmayan bu özelliği sayesinde, yüksek kırılma dayanıklılığına sahiptir [63].



Şekil 2.3. Faz değişimi [44]

Tetragonal-monoklinik faz dönüşümü sırasında zirkonyada %3- 5'lik bir hacim artışı oluşmaktadır. Dönüşüme uğrayan parçacıkların etrafında oluşan teğetsel gerilimler zirkonyum partikülleri etrafında mikro çatlaklar oluşturur. Bu mikro çatlaklar, ilerleyen bir çatlağın enerjisini soğurur ve yayar böylelikle çatlağın dallara ayrılmasına veya yön değiştirmesine neden olur. Bu durum, zirkonyanın dayanıklılığını artırmaktadır (Şekil 2.4) [64].



Şekil 2.4. Tetragonal-monoklinik faz dönüşümü sırasında mikro çatlak oluşumu ve ilerleyen bir çatlağın dallanması veya yön değiştirmesi [64].

2.4.1.3. Tam Stabil Zirkonya (Fully Stabilized Zirconia)

Saf zirkonyaya %13,75 Y_2O_3 , %7.9 CaO ve %5.86 MgO eklendiği zaman tam stabil zirkonya elde edilmektedir. Tam stabil zirkonya sadece kübik fazdan oluşmaktadır ve oda sıcaklığından itibaren 2500°C'ye kadar hiçbir faz değişimi göstermemektedir. Stabilize zirkonya, sertlik değerinin yüksek olması ve ısı değişimlerine direncinin yüksek olması sebebiyle mühendislik alanında ve aşındırıcı amaçlı kullanılmaktadır. Fakat diş hekimliğinde kullanım alanı yoktur [65, 66].

2.4.2. Zirkonya Esaslı Seramiklerin Mekanik Özelliklerini Etkileyen Faktörler

Stabilizatör oksitin miktarı, zirkonyum oksit partiküllerin şekli ve boyutu, ısı, nem, zaman ve yüzey uygulama işlemleri zirkonyum oksitin mekanik özelliklerini etkileyen faktörlerdir.

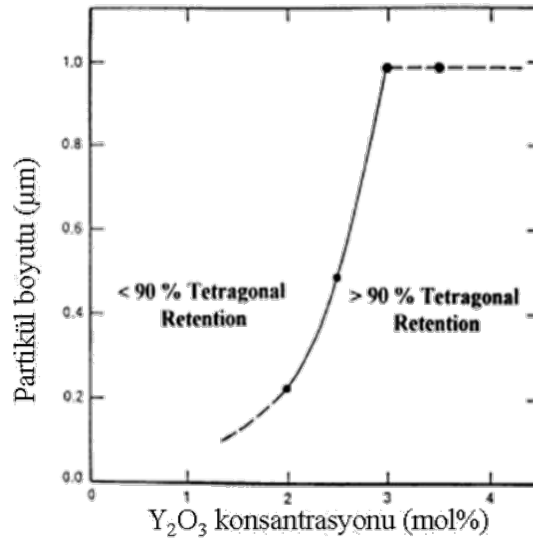
2.4.2.1. Stabilizatör Oksitin Miktarı

Stabilizatör oksitin, materyal içerisindeki miktarının fazla olması faz dönüşümünü hızlandıran faktörlerdendir. Zirkonyanın mekanik özelliklerini arttırmak amacıyla yapıya eklenen Y_2O_3 , CaO ve MgO gibi stabilize edici oksitler, homojen bir şekilde dağılımı sağlanmalı ve düşük oranda tutulmalıdır [67].

Yapılan çalışmalar sonucunda en iyi mekanik özelliklerin % 2 oranında stabilizatör eklenmesi ile elde edildiği ve Y_2O_3 oranı arttığında tetragonal fazın oranının azaldığı, partikül boyutun arttığı ve bunun sonucunda yapının stabilitesinin bozulduğu, bunun da faz değişimini hızlandıran bir faktör olarak ortaya çıktığı belirtilmektedir [67, 68].

2.4.2.2. Zirkonya Partiküllerinin Boyutu ve Şekli

Mekanik özellikleri, zirkonya partiküllerinin şekli ve boyutundan etkilenmektedir. Materyalin gren boyutunun 0,3 μm kadar olması, ideal kırılma dayanımı için gerektiği bildirilmiştir. Zirkonya içinde kristal içeriğinin artması sinterlenmiş zirkonyanın mekanik özelliklerini olumsuz şekilde etkilemektedir [68, 69] (Şekil 2.5).



Şekil 2.5. Y₂O₃ konsantrasyonunun partikül boyutuna etkisi [70].

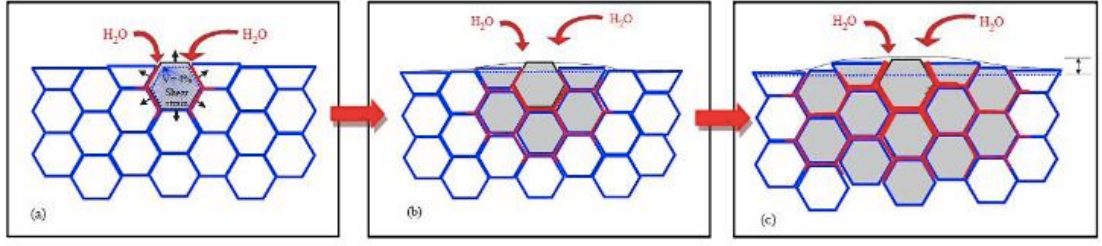
2.4.2.3. Sıcaklık

Zirkonyanın mekanik özelliklerini sıcaklık artışı olumsuz şekilde etkilemektedir. Malzemenin faz dönüşümü nedeniyle yarı stabil özelliğini kaybetmesi ve tetragonal fazdan monoklinik faza geçişin spontan olması nedenleri arasında gösterilir. Uygulamalar sırasında tetragonal zirkonyanın maruz kaldığı 200-300 °C yi aşan bir ısının ortaya çıkması monoklinik faza geçişin miktarını aşırı artırarak materyalin mekanik özelliklerini bozmaktadır. Bu ‘düşük ısı bozunması’ ,‘low-temperature degradation’ olarak tanımlanır [71-73].

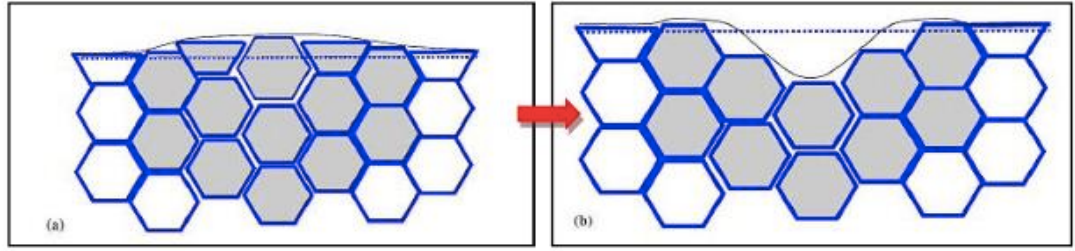
Düşük ısı bozunması; zirkonyanın tetragonal fazdaki stabilitesini bozan durumlarla başlamaktadır ve derecesini; yaşlanma davranışları, stres oluşumu, yitrium konsantrasyonu ve dağılımı, gren boyutu, çatlak popülasyonu, gibi çeşitli nedenler belirlemektedir [74, 75].

2.4.2.4. Nem

Nem, yüksek sıcaklıkla birlikte faz değişim hızını artırdığı bildirilmiştir (Şekil 2.6). Yapılan in vitro çalışmalarda ortamda suyun varlığında zirkonyanın yaşlanmaya daha eğilimli olduğu bildirilmektedir [72, 73] (Şekil 2.7)



Şekil 2.6. Yaşlanma sürecinin şematik görünümü (Gri renk dönüşüme uğramış grenleri ve kırmızı renk, bu grenlerin etrafındaki suyun penetrasyonunu göstermektedir.) [74].



Şekil 2.7. Yüzeyi bozulan zirkonyanın şematik görünümü [74].

2.4.2.5. Zaman

Zirkonyada zamana bağlı olarak gelişen ve tetragonal fazın monoklinik faza geçişinin kontrolsüz bir şekilde artmasıyla oluşan bir yaşlanma olayı söz konusudur. Yaşlanmaya bağlı olarak da sertlikte, dayanıklılıkta ve yoğunlukta azalma meydana gelmektedir [44, 71].

2.4.2.6. Yüzey Uygulama İşlemleri

Restorasyonların hazırlanması sırasında zirkonya bloklar; önce CAD-CAM sistemlerinde aşındırılarak, daha sonra genellikle alt yapının modele adapte olması için el aletleri ile yapılan ikinci bir aşındırma işlemine, son olarak da restorasyonun iç yüzeyinin bağlantısını arttırma hedefiyle kumlama işlemine maruz kalırlar. Aşındırma işleminin zirkonyanın fiziksel özelliklerine etkisi; aşındırmanın süresine, şiddetine, aşındırma sonucunda meydana gelen ısı artışına ve tetragonal fazdan monoklinik faza geçiş yapan zirkonyanın hacim olarak yüzdesine bağlıdır [72, 73].

2.4.3. Zirkonyanın Üretim Şekillerine Göre Sınıflandırılması

Diş hekimliğinde kullanılan zirkonya blokları benzer kimyasal birleşime sahip olmasına rağmen, bloğun üretim şekline bağlı olarak direnç ve ışık geçirgenliği açısından farklılıklar bulunmaktadır. Üretim şekline göre:

- Sinterlenmemiş zirkonya (green stage)
- Yarı sinterlenmiş zirkonya
- Tam sinterlenmiş zirkonya, olarak üç farklı şekilde üretilebilir.

2.4.3.1. Sinterlenmemiş Zirkonya (Green Stage) Seramikler

Tebeşir kadar yumuşak ve çok kolay işlenebilen bu bloklar; Y-TZP tozlarının özel bağlayıcılar kullanılarak, ısı olmadan preslenmesi ile üretilir. Tungsten ve elmas frezlerle şekil verilebilmektedir (dry-grinding). Sinterleme sırasında meydana gelecek büzülmeyi kompanse etmek amacıyla normal boyutlarından %20-25 daha büyük hazırlanmaktadırlar. Sinterlemenin ardından, sinterlenmemiş zirkonya, yaklaşık %20-30 oranında bir hacimsel küçülme göstererek daha yoğun ve dayanıklı bir yapı haline gelmektedir [76, 77].

2.4.3.2. Yarı Sinterlenmiş Zirkonya

Ham zirkonyanın yaklaşık 500 °C'de 30 dakika fırınlanmasıyla üretilmektedir. Sinterizasyon işlemi tamamlanmamıştır ve poröz bir yapısı vardır, bu sebeple mekanik özellikleri zayıftır [78]. Sinterlenmemiş haldeki bloklar CAD/CAM sistemi kullanılarak su soğutmalı ortamda ,green machining, olarak adlandırılan ham şekillendirme işlemi uygulanmaktadır.

%40 yoğunluğa sahip olan bu bloklar; üretimleri sırasında ortalama %25'lik hacimsel küçülme henüz gerçekleşmemesi nedeniyle normal boyutlarından daha büyük olarak hazırlanmaktadır. Bu blokların tam sinterlenmiş (HIP) bloklara göre avantajları arasında; daha az bir zamanda, daha az maliyetle şekillendirilebilmeleri ve renklendirici materyallerle renklendirilebilmeleri sayılabilmektedir [31].

2.4.3.3. Tam Sinterize (Hot Isostatic Pressing=HIP) Zirkonya Seramikler

1500 °C'de ön sinterleme yapılan bu blokların isostatik bir ortamda yüksek basınç altında 1400-1500 °C'lik ısıyla tanecik yoğunluğu arttırılmaktadır. Bu işlemler sonucunda gri-siyah rengini almaktadır. Beyaz renk alabilmesi için atmosfer basıncı altında sinterleme işlemine tabi tutulmaktadır. Sinterlenme işlemi tamamlandığında, bloklar %99 yoğunluğa sahip olmaktadır [79]. HIP zirkonyum bloklar aşındırma işlemleri yapılmadan önce sinterlendiği için hacimsel küçülme, sinterlenme sırasında oluşmaktadır. Bu sebeple restorasyonun üretimi sırasında modelajın gerçek boyutlarında hazırlanması gerekmektedir [80].

Tam sinterlenmiş blokların kazınması uzun zaman almaktadır. Kullanılan frezler çok hızlı aşınmakta ve bu durum maliyeti arttırmaktadır. Ayrıca bu teknikte sinterlenmiş zirkonyaya işlem yapıldığı için yüzeyde tetragonal den monoklinik faza dönüşümler ve mikro çatlaklar meydana gelmektedir. Bu durum mekanik özelliklerde zayıflamaya neden olabilmektedir [81].

2.4.4. Dış Hekimliğinde Kullanılan Zirkonyum Çeşitleri

Dış hekimliğinde, üç tip zirkonya içerikli seramik kullanılmaktadır. Zirkonya restorasyonlarda, tetragonal faz stabilizasyonu için farklı sistemler kullanılmaktadır. Bu sistemler; magnezyum katyonlu kısmen stabilize zirkonya (Mg-PSZ) ve zirkonya ile güçlendirilmiş alumina (ZTA), yitrium katyonlu tetragonal zirkonya polikristali (Y-TZP)'dir [82].

2.4.4.1. Magnezyum Katyonu İlave Edilmiş Zirkonya Polikristali (Mg-PSZ)

Biyomedikal uygulamalarda, magnezyum katyonlu zirkonya polikristali ile ilgili pek çok çalışma yapılmıştır. Materyal, özellikle pöröz bir yapıya sahip olması ve gren boyutunun büyük olması (30-60 µm) nedeniyle kırık oluşumu ihtimalini artırdığından, dış hekimliğinde başarı sağlayamamıştır [66]. Denzir-M, bu sınıfta bulunan seramikler arasındadır [83].

2.4.4.2. Zirkonya ile Güçlendirilmiş Alümina Seramikler (ZTA)

Zirkonyanın stres kaynaklı dönüşüm kabiliyetini avantajlı bir şekilde kullanmak için bir yaklaşım da onu bir alümina matrisi ile birleştirerek zirkonya ile güçlendirilmiş bir alümina (ZTA) elde etmektir. Bu malzemeler son zamanlarda potansiyel biyoseramikler olarak ön plana çıkmaktadır [84, 85].

Ticari olarak temini sağlanabilen bir dental materyal olan In-Ceram® Zirconia® (Vident™, Brea, CA), In-Ceram® Alumina®'ya hacimce %33, mol olarak %12 serya ile stabilize edilmiş zirkonya (12Ce-TZP) ilavesiyle geliştirilmiştir. In-Ceram® Zirconia® slip-casting veya yumuşak işleme ile işlenebilir [86].

Bununla birlikte, gözeneklilik miktarı %8-11 arasında olup sinterlenmiş 3Y-TZP'den daha fazladır [40]. Bu, In-Ceram® Zirconia®'nın 3Y-TZP dental seramiklerle karşılaştırıldığında genel olarak daha düşük mekanik özellik göstermesini kısmen açıklamaktadır [46]. Bununla birlikte, Ce-TZP seramiklerinin genellikle benzer termosiklus veya yaşlandırma şartları altında Y-TZP'den daha iyi termal kararlılık ve düşük ısı bozunmasına karşı dirençli olduğu belirtilmektedir [87, 88].

2.4.4.3. Yitriyum Katyonu İlave Edilmiş Tetragonal Zirkonya Polikristali (Y-TZP)

Yitriya ile stabilize zirkonyada stabilizatör olarak, yitriyum oksit (Y_2O_3) poliskristali kullanılmaktadır ayrıca tetragonal zirkonya polikristali olarak da isimlendirilir. Saf zirkonya yapıya %2-3 oranında Y_2O_3 ilave edilerek oda sıcaklığında nanometre boyutlarında ve diş hekimliğinde de kullanılan tetragonal zirkonya polikristali (Y-TZP) elde edilir. Böyle bir materyal düşük pörözite ve yüksek yoğunluk göstermektedir [89].

Y-TZP, ortopedide kalça protezlerinin üretiminde 1980'li yılların sonlarından beri kullanılmaktayken, 2000'li yılların başında protez kırıkları oluştuğu için kullanımı %90 oranında azalmıştır [70].

3Y-TZP zirkonya içerdiği kristalin partikül boyutundan mekanik özellikleri açısından büyük oranda etkilenir. Kritik partikül boyutu olan $1\mu m$ 'den daha büyük partikül boyutlarının kullanılması tetragonal-monoklinik spontan faz değişimi hızlandırarak

tetragonal fazın oranını düşürür ve böylelikle yapının stabilizasyonunu bozar. Partikül boyutunun küçültülmesi ise faz değişimini engelleyerek mekanik özellikleri zayıflatır [70].

Y-TZP içerikli seramik restorasyonlar 2 şekilde üretilmektedir. Presinterize blokların yumuşak bir şekilde şekillendirilmesini (soft machining) takiben yüksek sıcaklıkta sinterleme ile veya tam sinterlenmiş blokların sert bir şekilde işlenmesi (hard machining) ile üretilmektedir [79].

2.4.5. Monolitik Zirkonya ve Yeni Nesil Transludent Zirkonyalar

Monolitik restorasyon, diş hekimliğinde yeni bir terim değildir. Bu yönde tam seramik kronlar öncü olmuştur. Fakat son 50 yıldır, metal alt yapı üzerine farklı ışık ve renk geçirgenliği özelliği gösteren veneer seramiklerin kullanılmasıyla oluşturulan restorasyonlar oldukça fazla kullanılmaktadır [90, 91]. Ancak iki materyal arasında yaygın olarak bazı sorunlar gözlenmiştir. Bunlar arasında; kırık, çipping, delaminasyon, çatlak ve metal alt yapı renginin yansması sayılabilmektedir [92, 93]. Zirkonya seramik restorasyonlar ise zirkonya kor üzeri porselen veneerin tabakalanması ile üretilmektedir. Ancak düşük kırılma dayanımı olan üst yapı seramiği ve alt yapıyla üst yapı arasındaki bağlantının güçsüz olma durumu gibi dezavantajlar sebebiyle çipping oranı oldukça yüksek görülmektedir [94, 95].

Tabakalı sistemlerin bu gibi dezavantajlarını ortadan kaldırılabilmek için CAD/CAM sistemlerini kullanarak üretilen monoblok materyaller geliştirilmiştir [35]. Lityum disilikat kullanılarak güçlendirilmiş cam seramikler ile yapılan monoblok restorasyonların tabakalama yöntemi ile yapılan restorasyonlardan daha yüksek başarıya sahip olduğu bilinmektedir. Ancak lityum disilikatla güçlendirilmiş cam seramiklerin posterior köprü endikasyonuna sahip olmaması, posterior kısımda kullanılabilen tam kontur monolitik zirkonya restorasyonlarının geliştirilmesine öncülük etmiştir [96]. Monolitik zirkonyalar; dayanım gücünün yüksek olması, karşıt dişte aşındırma oranının az olması ve yüksek estetik özellikleri sayesinde son yıllarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Monolitik zirkonyalar, kısmi olarak Y_2O_3 ile stabilize edilmiş bir malzemedir [97].

Monolitik zirkonya esaslı restorasyonlar interoklüzal mesafenin yetersiz olduğu vakalarda da güvenilir bir şekilde kullanılabilmektedir; çünkü azaltılmış kalınlıkta bile yüksek dayanıklılık göstermektedirler [98]. Restorasyonun 0,3-0,5 milimetre (mm) kalınlıkta kullanılması gereken durumlar için endikasyonu vardır [99].

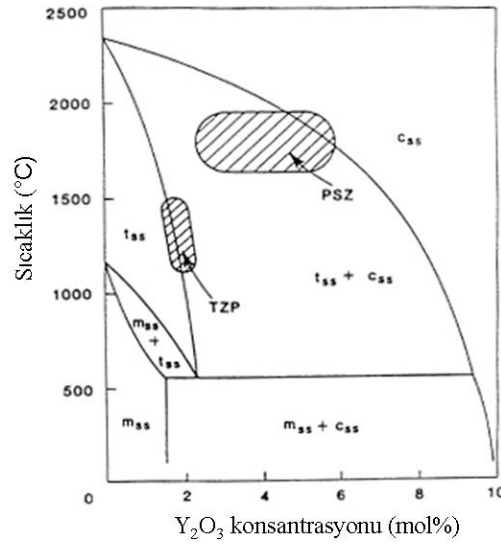
Zirkonya restorasyonların opak yapılarından ötürü estetik özelliklerinin yetersiz oluşu en önemli dezavantajlarından biridir. Bu nedenle monolitik restorasyon üretiminde ve sinterizasyonunda bir miktar değişiklik yapılmasıyla daha gelişmiş optik özelliklere sahip trasludent zirkonyanın üretimi sağlanmaya çalışılmaktadır [99].

Monolitik zirkonyanın optik özellikleri; alümina içeriğinin azaltılması, yoğunluğun artırılması, gren boyutunun küçültülmesi, kübik zirkonya eklenmesi ve yapısal defektlerin oranının azaltılması gibi mikro yapısal modifikasyonlarla iyileştirilmektedir [99].

Monolitik zirkonyada yüksek kırılma dayanımı elde edebilmek ve dönüşüm tokluğu mekanizmasını sağlayabilmek için ideal gren boyutunun 0.3 µm olması ve % 2 Y₂O₃ ilavesi gerekmektedir [100, 101].

Eşit gren miktarına sahip iki materyalin kırılma ve bükmeye direnci ise porozitelerine bağlı olarak farklılık göstermektedir. Porozite miktarının artması, materyalin mekanik özelliklerini zayıflatmaktadır [102]. Monolitik zirkonyanın bükülme dayanımına sinterleme ısısındaki değişiklikler anlamlı bir etki göstermemiştir [103].

Zirkonya seramiklerin sinterlenme dereceleri 1350-1500°C arasında değişiklik göstermektedir. Sinterleme koşulları gren boyutunu etkilemektedir (Şekil 2.8). Bu durum materyalin stabilitesini ve mekanik özelliklerini etkilemektedir [44, 68].



Şekil 2.8. Y_2O_3 konsantrasyonunun sinterleme derecesine etkisi

Sinterleme derecelerinin ve sürelerinin uzatılması gren çaplarının artmasına sebep olduğu belirtilmiştir. Sinterlenmenin düşük ısıda olması ise yapı içindeki porozite miktarını fazlalaştırır ve böylelikle kırılma dayanımında azalmaya sebep olmaktadır [68]. Ayrıca üretim aşamasında görülen düşük ısı bozunması; monoklinik faz dönüşümü ve yüzey pürüzlülüğünü artırırken, elastisite modülünü ve sertliğini azalttığı belirtilmiştir [70].

Monolitik zirkonya, antagonist diştten doğal dişe oranla daha fazla; ancak diğer restorasyonlara göre de daha az aşınmaya neden olmaktadır [104]. Yapılan çalışmalar sonucunda materyalin sertliğinden çok, pürüzlülüğü antagonist dişteki aşınmaya sebep olmaktadır [70]. Çok sayıda çalışma, mekanik bir şekilde polisaj yapılmış monolitik zirkonya yüzeyinin glazürle bitirilmiş yüzeye ve üst yapı porselenine göre antagonist dişte daha az oranda aşındırdığını göstermektedir [105-107].

Monolitik zirkonyanın yittria konsantrasyonunun artırılması ve yüksek sıcaklıkta sinterlemesi ile ikinci nesil zirkonyanın translusentliği geliştirilmiştir [99, 108, 109]. Üçüncü nesil ultra-transludent (UT) zirkonyada (%5 mol yitria ile stabilize edilmiş zirkonya, 5Y-TZP), Y_2O_3 miktarı %5'e çıkarılmış, böylece daha yüksek translusensi göstermesi sağlanmıştır [108, 110].

Ayrıca, bu materyaller daha az dönüşüm sertliği göstermektedir, bu nedenle 3Y-TZP ile kıyasla daha düşük bir dayanıklılık sergilemektedir [12, 111]. Bu nedenle kullanımı; estetik bölgede, tek üye kronlarla veya tek pontikli sabit köprülerle sınırlıdır [112]. Bu sınırlamalara rağmen, artan optik özellikleri ve monolitik olarak uygulanabilirliğinin yüksek olması sebebiyle popülerlikleri artmaktadır.

2.5.Zirkonya Seramiklerde Simantasyon

Diş ile restorasyon arasında uzun süreli ve güvenilir bir adezyon sağlayabilmek için preparasyonun şekli, yüzey hazırlığı ve siman seçiminin yapılacak restorasyonun çeşidine ve kullanılan malzemeye uygun yapılması büyük önem göstermektedir.

Zirkonyum oksit içerikli tam seramik restorasyonların simantasyon öncesi bağlanma dayanımının artırılması için ilave yüzey pürüzlendirme işlemlerine tabi tutulması gerekmektedir. Ancak polikristalin seramiklerin yüzeyleri cam matriks içermediği için asit ile pürüzlendirilememektedir. Bu restorasyonlarda adezyonu arttırabilmek için MDP içerikli simanların kullanımı önerilmektedir [70].

Restoratif materyal ile siman arasında oluşturulan adeziv bağlanmanın dirençli ve uzun vadede stabil olması oldukça önemsenmektedir [113]. Adeziv simantasyon, restorasyonun retansiyonunu, bağlanma dayanımını, kırılma direncini, marjinal uyumunu, sızdırmazlığını ve tüm bunların sonucu olarak da uzun dönem klinik sonuçları etkileyen önemli klinik aşamalardan biridir [114, 115].

2.5.1. Simantasyon Öncesi Yüzey Hazırlıkları

Simantasyon sonrasında güçlü ve dayanıklı bir bağlantı elde etmek için restorasyon ve diş yüzeyine uygun yüzey işlemi protokolü uygulanmalıdır.

Bu yüzey işleme protokolleri; mekanik, kimyasal ve hem mekanik hem kimyasal yüzey işlemleri olarak 3 grupta incelenmektedir.

2.5.1.1. Mekanik Bağlantı Oluşturan Yüzey İşlemleri

Aluminyum Oksit Partikülleri ile Kumlama

Al₂O₃ ile yapılan kumlamayla, seramik yüzeylerdeki artıklar uzaklaştırılmakta ve mikromekanik adezyona katkı sağlamaktadır. Yapılan çalışmalarda, kumlamanın 50 µm Al₂O₃ partikülleri ile 3 bar basınç altında uygulanması önerilmektedir [116].

Kumlama; indirekt kompozit adezyonunda, seramik ve kompozit tamir işlemlerinde, tribokimyasal silika kaplama işleminin bir parçası olarak ya da metal-seramik restorasyonlarda metal yüzeyinde kullanılmaktadır [117, 118].

Kumlama, yüzeyde plastik deformasyon oluşturarak pürüzlülüğü, dolayısıyla yüzey alanını artırmaktadır. Bu durumda, ıslanabilirlik ve yüzey enerjisi de artmış olur [119, 120]. Ayrıca zirkonya esaslı seramiklere uygulandığında, materyalim yüzeyindeki monoklinik faz miktarında artış oluşturduğu belirtilmektedir. Kosmac ve ark. tarafından yapılan çalışmada, kumlamanın faz dönüşümünü tetikleyebileceği ve böylece kritik çatlak boyutunu azaltıp yüzeyde baskı gerilimleri oluşturarak dayanıklılığın artırılmasında etkili olduğu bildirilmiştir [121].

Asitle Pürüzlendirme

Mikromekanik olarak adezyonu arttırmak amacıyla uygulanan asitleme işlemi HF asitle yapılmakta ve morfolojik yüzey değişiklikleri oluşturmaktadır. Materyal tipine göre uygulama süresi 20 saniye (sn) ile 4 dakika (dk) arasında değişiklik gösterirken; konsantrasyonu %2,5-10 arasında değişmektedir. HF asit, cam seramiklerde adeziv simantasyonun başarısını yükseltmektedir. Fakat zirkonya esaslı seramikler silika içermediği için bu prosedürle pürüzlülük sağlanamamaktadır [122]. Asitle pürüzlendirme sonrasında restorasyon 1 dk süreyle suda yıkanmalı, 5 dk ultrasonik banyoda temizlenmeli ve basınçlı hava ile kurutulmalıdır. Son yıllarda sıcak asitleme tekniği ile ilgili çalışmalar yapılmaktadır [122, 123].

Döner Aletler ile Pürüzlendirme

Döner aletlerle seramik yüzeylerinin aşındırılması sonucu mekanik adezyon sağlanmaktadır. Aşındırma işlemi; disk şeklindeki aletler, silisyum karbid veya Al₂O₃ içeren zımparalar veya elmas frezlerle yapılmaktadır. Bu yöntemle yapılan yüzey hazırlığının en büyük avantajı; hasta başında kolaylıkla uygulanabilesidir. Elmas

frezlerin kullanımı diğer yöntemlere göre daha pürüzlü yüzeyler oluşturmaktadır [124, 125].

Seramik yüzeylerde çatlaklar oluşturabilen aşındırma yöntemleri de vardır. Özellikle kalın grenli döner aletler kullanılarak yapılan pürüzlendirme örnek olarak verilebilmektedir. Bu çatlaklar seramiğin kırılma dayanımını ve dayanıklılığını azaltabilmektedir [61].

Lazerle Pürüzlendirme

Günümüzde diş hekimliğinde kullanılan seramik materyallerin lazer ile pürüzlendirilmesi son zamanlarda gündemde olan bir yöntemdir. Nd:Y AG, Er:Y AG ve CO₂ lazer ile uygulanan pürüzlendirme protokolleriyle umut vadeden sonuçlar elde edilmektedir [126-128]. Ancak lazerlerin atım sürelerinin uzun olması, temas noktası dışında ısı oluşturma gibi nedenlerle kısa atım süreli lazerler ön plana çıkmaktadır. Titanyum safir (femtosaniye) lazer kısa süreli yüksek enerjide atımlar ile ısı yayılımı oluşturmada pürüzlendirme yapabilen bir lazer tipidir. Böylelikle diğer lazer tiplerine göre daha homojen ve düzenli yüzeyler elde edilmektedir [129].

Lazer enerjisinin materyal yüzeyi ile etkileşime girmesi sonucu fototermal etki oluşmaktadır. Fototermal etki, lazer enerjisini ısı enerjisine dönüştürür ve açığa çıkan ısı ile yüzeyde erime meydana gelir. Materyalin yüzeyel tabakasındaki erimiş kristaller birleşir ve tekrar katılaşır. Bunun sonucunda materyal yüzeyinde pürüzlülük oluşur. Ayrıca lazer enerjisi materyal yüzeyinde mikro patlamalar meydana getirmektedir. Bu patlamalar sonucunda yüzeyden partiküller uzaklaşarak mikro boşluklar oluşturmaktadır [127, 130, 131].

Argon lazerler; aktif maddenin argon gazı olduğu bir lazer çeşididir. Diş hekimliğinde 488 nanometre (nm) ve 514 nm olmak üzere iki dalga boyu kullanılmaktadır. 488 nm dalga boyundaki argon lazeri kompozit rezin polimerizasyonunu sağlayan kamforokinonun aktivasyonu, ışıkla aktive olan beyazlatma jelleri ve ölçü maddelerinde kullanılmaktadır. 514 nm dalga boyundaki argon lazer; melanin ve hemoglobin içeren dokularda yüksek absorpsiyon gösterdiği için yüksek bir hemostaz sağlamaktadır [132]. Her iki dalga boyu da çürük tespitinde kullanılabilir.

Diode lazer; diode alüminyum, indiyum, galyum ve arseniğin karışımı kullanılarak yarı iletken kristallerden üretilen katı aktif medyum lazerdir [133]. Diş hekimliğinde 800-980 nm arasında değişen dalga boyları kullanılmaktadır. Diode lazerler yumuşak doku cerrahisi için tercih edilmektedir [134].

Nd:YAG lazer; aktif maddesi Neodmiyum: Yttrium Alüminyum Garnet olan ve görünmeyen bir katı lazer türüdür. Dalga boyu 1064 nm'dir. Yumuşak doku cerrahisi, koagülasyon ve cep içi bakterilerin uzaklaştırılması amacıyla kullanılmaktadır [135].

Er:YAG Lazer (Erbiyum ile kaplanmış itriyum-alüminyum-garnet kristali); bu lazerler 2940 nm dalga boyuna sahiptir. Bu lazerlerin su absorpsiyonu tüm lazerler arasında en yüksektir. Dalga boyu sayesinde su veya hidroksiapatit içeren yumuşak ve sert doku tarafından iyi absorbe edilmektedir [132].

Er,Cr:YSGG lazer; aktif maddeleri Erbium, Chromium: Yttrium Scandium Gallium Garnet' tir ve 2780 nm dalga boyuna sahiptir. Mine pürüzlendirilmesi, çürük temizleme, kavite şekillendirilmesi, kök-kanal preperasyonu için ve sert doku cerrahisinde kullanım alanları vardır [136].

CO₂ lazerler; dalga boyu 10600 nm olan görünmeyen gaz lazeridir. Er:YAG lazerlerden sonra su absorpsiyonu en yüksek olan lazerdir ve bu özelliği sayesinde yumuşak dokulara uygulanabilmektedir. Ağız içinde; daha çok yumuşak doku cerrahisinde kullanılmaktadır [137].

Femtosaniye (Femtosecond) lazer

Yukarıda belirtilen lazerlerin kullanımı, seramik malzemeye zarar verebilecek iç gerilimler yaratabilen lokal sıcaklıkta bir artışa yol açar [48]. Hasarı en aza indirmek için son zamanlarda Ti:Safir (veya FS) lazer kullanılmıştır. Bu lazer, femtosaniyeler süren optik darbeler üreterek, faz dönüşümlerinde önemli ölçüde azalma ile materyalde temiz bir yüzey hazırlığı sağlamaktadır [138, 139].

Femtosaniye (FS) lazer 1980'lerde geliştirilmiştir [140]. Tıp, biyolojik ve endüstriyel alanlarda kullanılmaktadır; tıbbi uygulamalar arasında lineer olmayan spektroskopik ve floresan teknikleri, proteinin 3 boyutlu spektral görüntülemesi, oftalmoloji, fotoparasyon-transfeksiyon ve dental uygulamalar yer almaktadır.

Yüzeyin derinliği ve şekli, bir yüzey işlemi oluşturmak için özel bir yazılım kullanılarak kolayca hazırlanabilir. Seçilmiş farklı hızlar, aynı noktadan geçen tekrar sayısı, çalışma frekansı (kHz) ve her atım için uygulanan güç gibi değişkenlerin tümü uygulanan şeklin derinliğini ve genişliğini etkilemektedir [140].

Yapılan bazı çalışmalar, zirkonya ile adeziv rezin siman arasındaki bağlanma etkinliğini arttırdığını bildirmektedir [139, 141]. Ek olarak, zirkonyaya uygulanan yüzey işlemleri arasında femtosaniye lazer, tetragonal fazın düşük yoğunluklu monoklinik faza kısmi dönüşümünü önlediği görülmektedir [142]. Bu avantajlar, femtosaniye lazeri zirkonya gibi sert ve kırılman malzemelerin işlenmesi için iyi bir seçim haline getirmiştir.

2.5.1.2. Kimyasal Bağlantı Oluşturan Yüzey İşlemleri

Silan bağlayıcı ajanların kullanılması

Diş hekimliğinde; silanlar olarak adlandırılan organo silanlar, çift yönlü reaksiyon gösteren, silikon (Si) atomu/ atomları içeren bileşiklerdir [143-145]. Bu ajanlar, organik yapılardır ve bifonksiyoneldirler. Seramik yüzeyindeki silikon dioksit ile reaksiyona giren inorganik grup ve metakrilat bazlı rezinlerle reaksiyona giren organik grup bulunmaktadır [146]. Ayrıca silanlar, bir substratın yüzey gerilimini azaltmanın yanı sıra yüzey enerjisini artırma yeteneğine de sahiptir [147].

Geleneksel silan polar bir yüzeye sahip olmadığı için silika içerikli seramiklerden daha karardır ve rahatça hidrolize olmamaktadır. Bu sebeple zirkonyaya etki etmemektedir [2]. Son dönemlerde zirkonyum oksit içerikli seramiklerin simantasyonunda fosfat monomeri (MDP- metakriloksidekil dihidrojen fosfat) içeren materyallerin bağlantıyı olumlu yönde arttırdığı belirtilmektedir [148].

Primer Uygulaması

Metal primerler, rezin siman ile baz veya soy metaller arasında kimyasal adezyon elde etmek için geliştirilmiştir. Adeziv fonksiyonel metal primerler, metal yüzeyde bulunan metal oksitlere olan afiniteleri nedeniyle saf metallere ve alaşımlara güçlü bir şekilde bağlanmaktadır. Zirkonyum yüzey, titanyum yüzeye (TiO₂) benzer şekilde pasif bir oksit film (ZrO₂) tabakası ile kolayca kaplanmaktadır. Zirkonya seramik yüzeyin

metal yüzey ile benzer kimyasal özellik göstermesi sebebiyle bağlantı gücünü artırmak amacıyla kullanılmaktadır [149].

2.5.1.3. Mekanik ve Kimyasal Bağlantı Oluşturan Yüzey İşlemleri

Tribokimyasal Silika Kaplama

Alumina partiküllerinin silika ile modifiye edilmiş hali tribokimyasal silika kumu oluşturmaktadır ve seramik yüzeye basınçlı bir şekilde püskürtülerek silika tabakası oluşturmaktadır [150, 151].

Bu yöntem kullanılan sistemlerde (Cojet ve Rocatec, 3M-ESPE, Seefeld, Almanya), alumina partikülleri metal ve seramik yüzeyine 15 µm'ye kadar penetre olabilmektedir [151]. Tribokimyasal silika kaplama; iki mekanizma ile bağlantıya etkisi açıklanabilir: seramik yüzeyinin silika ile kaplanması ile rezin ve silan arasında kimyasal bağlantı sağlanması ve kumlama ile rezinin mikro mekanik olarak bağlanabileceği yüzey oluşturulmasıdır [152].

Cojet sisteminde, metal-seramik ve seramik restorasyonlarda simantasyon ve kırık tamiri gibi işlemlerde silika kaplama işlemi, soğuk silikatizasyon ile yapılır [153]. Soğuk silikatizasyon yönteminde kumun yüzeye çarpması esnasındaki kinetik enerji, gerekli olan enerjiyi sağlar. Bu kinetik enerji uygulandığı alanda lokal bir ısı artışına sebep olur böylelikle sıcaklıkta bir değişiklik yaratmaksızın silikatizasyon makroskopik olarak gerçekleşir [153]. Cojet sistemi 30 µm boyutlarında silika modifiye Al₂O₃ kum içerir. Ekstraoral olarak restorasyonların simantasyonunda ve intraoral olarak restorasyon tamir işlemlerinde uygulanır [154].

Rocatec sisteminde, partiküllerin basınçlı hava ile kinetik enerjilerinin seramik yüzeyine transferi sağlanır ve yüzeyin sıcaklığı 1200 °C'e kadar anlık artar. Bu soğurulan enerji yüzeyi mikroskobik olarak eritir. Oluşan defektlerin derinliği ve büyüklüğü partiküllerin kinetik enerjisine göre değişiklik göstermektedir [155, 156]. Böylelikle silika modifiye alumina partikülleri, yüzeyin derinliklerine penetre olarak seramik yüzeyin silika ile kaplanmasına neden olur [155].

Pirokimyasal silika kaplama

Bu yöntemin temel prensibi silanın, yüksek sıcaklıkta silika oluşturmak için kimyasal tepkimeye girmesidir [157].

Silloc®, Silicoater® MD ve Silicoater Classical (Heraeus-Kulzer, Wehrheim, Almanya) sistemleri 1984 yılından beri kullanılmaktadır. Bu yöntemle temel metal alaşımları, soy metal alaşımları ve porselenler, silika kaplanmıştır [158].

2.5.2. Rezin Simanlar

Simantasyon, bir ajan kullanılarak üretilen restorasyonun dişe adezyonudur [159]. Dental simanlar, indirekt restorasyonların prepare edilmiş dişlere; mekanik, mikromekanik ve moleküler bağlanma gibi mekanizmalarla adezyonu için kullanılan materyallerdir [160].

Yaşanan gelişmeler sonucunda günümüzde, geleneksel simantasyonun yanı sıra adeziv simantasyon ön plana çıkmaktadır. Böylelikle kullanılacak malzeme seçeneği çoğalmış ve bu amaçla kullanılacak materyalin önemi de artmıştır. Malzeme seçimini doğru yapabilmek için siman sınıflandırılması uygun bir şekilde değerlendirilmelidir. Bu sınıflandırma geçmişten günümüze şu şekilde yapılabilmektedir;

- Geleneksel simanlar; polikarboksilat siman, çinko fosfat siman ve cam iyonomer simandan oluşmaktadır.
- Modern simanlar; rezin modifiye cam iyonomer siman ve rezin simanlardan oluşmaktadır [161].

Rezin simanlar; dental uygulamalar için geliştirilen en yeni simantasyon materyalidir. Yüksek sıkışma ve gerilme dayanımı gösteren, dentin ve mine ile kimyasal bir bağ oluşturan ve diğer simanlara göre çözünürlük oranı en düşük olan ajanlardır. Günümüzde klinisyenler tarafından kullanımları giderek artmaktadır [162].

Dentinin inorganik yapısına kimyasal, organik yapısına ise mikromekanik olarak bağlanırlar. Kompozit rezinlerle benzer özellikler göstermekle beraber farkları, içerdikleri doldurucu oranının daha az olmasıdır [163]. Rezin simanlar da kompozitler gibi hibrid tabaka oluşumu ile bağlanırlar [164].

Rezin simanlar; Bis-GMA (bisfenol A gilisidilmetakrilat), UDMA (üretan dimetakrilat) gibi küçük inorganik partiküllerle doldurulmuş rezin matriksten oluşan kompozit materyalleridir. Hem diş yüzeyine hem metal yüzeylere kimyasal adezyon özelliklerini arttırmak için geleneksel Bis-GMA rezin simanlara; MDP (10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate) ve 4-META (4-methacryloxyethyl trimellitic anhydride) monomerleri eklenmiştir. Bu monomerlerin ilavesi sayesinde baz metallerdeki metal oksit tabakasına asitleme gerekmeden bağlanabilmektedir. MDP, metal-oksit seramik sistemlerine de en güçlü bağlantıyı sağlamaktadır [165].

Rezin simanlar sadece yüksek estetik ve renk uyumu yeteneğiyle değil, aynı zamanda diğer simanlarla karşılaştırıldığında daha iyi bükülme ve baskı dayanımına sahip olmasıyla da tercih sebebi olmaktadır. Yaşlandırma testlerinden sonra klinik olarak kabul edilebilir bir marjinal uyumu sağlayıp, minimal sızdırma ile birlikte karies oluşma ve buna bağlı olarak restorasyon kaybı riskini azalttığı görülmektedir [166]. Diş preparasyonunun retantif oluşuna bağlılık da rezin simanların adezyon kabiliyeti sayesinde azalmıştır ve böylelikle sağlıklı diş dokusu daha çok korunabilmektedir. Gerilme ve makaslama kuvvetlerine de geleneksel simanlara göre çok daha dayanıklıdır [167].

Rezin simanları, restoratif kompozitlerden ayıran özelliği daha az doldurucu içermesi ve viskozitesinin daha az olmasıdır. Birçok farklı dental yüzeyle bağlantı sağlayabilmektedir. Simanın diş yüzeyiyle olan bağlantı gücü, dişin asitlenmesi ve sonrasında adeziv sürülmesiyle artırılmaktadır. Dentin ve siman arasındaki adezyon, monomerlerin demineralize dentin matriksine penetrasyonu ile oluşan hibrit tabaka sayesinde oluşturulan mikromekanik bağlantı ile sağlanmaktadır [168].

Restoratif kompozitler gibi rezin simanlar da yüzeyde tam polimerize olmamış oksijen inhibisyon tabakası içermektedir. Bu tabaka restorasyonun marjinalinde adaptasyonunun bozulmasına ve dolayısıyla ömrünün kısılmasına sebep olmaktadır. Işıklamadan önce simanın havayla temas ettiği alanlar olan restorasyon marjinaline gliserin jel uygulandığı zaman oksijen inhibisyon tabakasının oluşumu engellenebilmektedir [169].

Rezin simanlar, polimerizasyon mekanizmalarına göre; ışıkla polimerize olan, kimyasal yolla polimerize olan ve dual cure (ışık ve kimyasal yolla) polimerize olan rezin simanlar olarak sınıflandırılabilir.

Ayrıca adeziv aşamalarına göre; total-etch, self-etch ve self adeziv simanlar olarak sınıflandırılabilirler [170]. Self adeziv rezin simanlar “all-in-one” rezin simanlar veya ‘üniversal simanlar’ olarak da isimlendirilebilir [171].

2.5.2.1. Polimerizasyon Mekanizmalarına Göre Rezin Simanlar

Kimyasal yolla polimerize olan rezin simanlar, katalizör ve baz olmak üzere iki komponentten oluşmaktadırlar. Katalizörde organik amin, baz kısmında ise benzoil peroksit bulunmaktadır. Polimerizasyon reaksiyonu iki komponentin karıştırılmasıyla başlamaktadır [172].

Bu simanların içeriğinde bulunan tersiyer aromatik aminlerin, zamanla ağızda kimyasal olarak değişikliğe uğraması sonucunda amin renklenmesi görüldüğü için renk stabilizasyonları iyi değildir. Bununla birlikte karıştırmaya bağlı porözite oluşması ve çalışma süresinin kısa olması gibi dezavantajları bulunmaktadır. Bu simanlar; postların, metal altyapılı sabit protezlerin ve opak altyapıya sahip tam seramik restorasyonların simantasyonu için uygundur [172].

Işıkla polimerize olan rezin simanlar, tek komponentli sistemlerdir ve polimerizasyonları halojen ışık, plazma ark, lazer veya LED ışık kaynakları ile olmaktadır. Reaksiyon başlatıcı olarak, ışığa duyarlı ‘kamforokinon’ ve hızlandırıcı olarak da ‘alifatik amin’ bulunur. Işıkla sertleşen simanlar, amin renklenmesinin etkisini önlemek için geliştirilmiş olan sistemlerdir. Bu simanların avantajları, çalışma zamanlarının uzun olması ve polimerizasyonlarının kontrol edilebilmesidir [173, 174]. Işıkla sertleşen simanların bir diğer avantajı, dual-cure veya kimyasal polimerize olan rezin simanlara kıyasla renk stabiliteLERİDİR [175]. Bu simanlar, bu nedenle, estetik restorasyonlar ve metal içermeyen restorasyonlar için uygundur [176, 177].

Işık ve kimyasal yolla (dual cure) polimerize olan rezin simanlar, restorasyon kalınlığının fazla olduğu durumlarda ışık geçişinin engellenmesi ve her bölgede polimerizasyonun eşit olmaması sebebiyle geliştirilmiştir. Hem kimyasal yolla hem de ışıkla aktive olan bu sistemler; katalizör ve baz olmak üzere iki ayrı pasta halinde

bulunurlar. Simanın baz kısmında ışıqla polimerizasyonu başlatan ‘kamforokinon’, katalizör kısmında ise kimyasal polimerizasyonu başlatan ‘amin-peroksit’ vardır. Amin-peroksit reaksiyonun yavaş ilerlemesi sayesinde, simanın erken polimerizasyonu engellenir ve restorasyon yerleştirildikten sonra, fazla simanın uzaklaştırılması için gereken zaman kazanılmış olur [172].

Dual cure rezin simanlar; tam seramik kron ve köprü restorasyonları, ışık geçirgenliğinin yetersiz olduğu alumina ve zirkonya içerikli tam seramik sistemleriyle üretilen kron-köprü protezleri, inley ve onley, adeziv kron-köprü protezleri, zirkonya ve fiber postların simantasyonunda kullanılmaktadırlar [178].

2.5.2.2. Adeziv Aşamalarına Göre Resin Simanlar

Total etch rezin siman sistemlerinde; ayrı şişelerde bulunan asit, primer ve adeziv ajan ayrı tabakalar halinde uygulanır ve smear tabakası tamamen kaldırılmaktadır. Uzun dönemde yüksek bağlanma dayanımı göstermesine rağmen klinik uygulama açısından yüksek hassasiyet gerektirmektedir [179].

Self etch adeziv rezin siman sistemlerinde; yıkama işleminin kaldırılmasıyla uygulama sırasında oluşabilecek hata riskinin azaltılması ve klinik olarak uygulama zamanının kısaltılması hedeflenmiştir. Bu simanlar, dentin veya minenin pürüzlendirilmesi ile primer uygulanmasını eş zamanlı olarak gerçekleştiren asidik monomerler içermektedir. Smear tabaka tamamen kaldırılmadan modifiye edilerek hibrit tabakaya dahil edilmektedir. Bu sistemde post operatif hassasiyet ortadan kalkmıştır [180].

Self adeziv rezin simanlarda; mine ve dentin yüzeyini rezin simana uygun hale getirmek için herhangi bir adeziv ajan kullanılmadan siman direkt olarak kullanılmaktadır [181, 182]. Bu sistemin hedefi diğer adeziv sistemlerdeki teknik hassasiyetleri ortadan kaldırmaktır. Bu durum avantaj oluşturmakla birlikte, mine ile dentinde sınırlı miktarda pürüzlendirme oluşturmakta ve belirgin bir hibrit tabaka oluşturamadığından daha zayıf adezyona neden olmaktadır [183].

2.6.Bağlanma Dayanımının Tespit Edilmesinde Kullanılan Test Yöntemleri

2.6.1. Makaslama (Shear) Testi

Bu test, bir adeziv aracılığıyla birbirine bağlanan iki materyalden oluşan örneklerin ara yüzeylerine kopma gerçekleşene kadar bir uç ile kuvvet uygulanması şeklinde tanımlanmaktadır. Bağlanma dayanımı; uygulanan maksimum kuvvetin arayüz alanına bölünmesiyle hesaplanmaktadır. Uygulama kolaylığının olduğu ve hızlı sonucun alındığı bu test yöntemi; in vitro çalışmalarda en sık kullanılan yöntemlerden birisidir [184].

2.6.2. Çekme (tensile) testi

Bu testte kullanılan materyaller birbirlerinden ayrılana kadar çekme kuvveti uygulanır. Bağlanma, yüzeye dik olarak uygulanan kuvvetle kırılmaktadır [185]. Çekme bağlanma dayanım değeri, materyallerin ayrıldığı andaki kuvvetin yüzey alanına bölünmesi ile hesaplanmaktadır [186-188].

2.6.3. Mikroçekme (mikrotensile) testi

Geçerli ve güvenilir bir test olmakla birlikte in vitro çalışmalarda adeziv biyomateriyallerin diş yapısına adezyonunun değerlendirilmesinde kullanılmaktadır. Bu testte yapıştırılmış test örneklerinden su soğutması altında ince kesitler alınması gerekir [189]. Üç temel örnek tasarım şekli (çubuk, halter veya kum saati) kullanılmaktadır [190].

2.7.Materyalin Yüzeyini İncelemede Kullanılan Test Yöntemleri

2.7.1. Optik (3D) Profilometre

Profilometreler, yüzey pürüzlülüğünü ölçmek için kullanılmaktadır. Mekanik ve optik olmak üzere iki çeşittir. Mekanik profilometreler, elmas bir ucun yüzeye dik bir şekilde temas ederek taraması yolu ile ölçüm yapılmakta ve bu ölçümler dijital olarak hesaplanarak kaydedilmektedir. Yüzeydeki düzensizliklerin, elde edilen değerleri etkilememesi için farklı açılardan ölçüm yapılması gerekmektedir [191]. Profilometre analizinde; Rmax, Ra ve Rz parametreleri elde edilebilmekte ve çoğunlukla Ra değeri kullanılmaktadır. Ra değerinin 0,2 µm'den daha az olduğu durumlarda, parlak ve

bakteri tutunmasının zor olduđu bir yüzey varlığı düşünölebilir. Bu nedenle restoratif materyallerin ağız içi ortamda kullanılması için, yüzey pürüzlölük değerin ortalama 0,2 μm 'nin altında olması gerekmektedir [192].

Temazsız optik profifometrelerde ise, cihazın optik ucundan numunenin yüzeyine gönderilen ışık demetlerinin yüzeye çarptıktan sonra kırılmalara uğrayıp geri yansımasıyla yüzey topografyası üç boyutlu bir şekilde görüntölenmektedir. Optik profilometre ile hassas bir şekilde 0.5 mikron olan oluk ve yiv genişliklerinde bile ölçümler yapılabilmektedir [193, 194]. Yapılan araştırmalar sonucunda, temassız optik profilometre ile mine yüzey topoğrafisindeki değışiklikleri incelemişler ve nitel ve nicel olarak kesin bir biçimde ölçölebildiğini ve tekrarlanan ölçümlerde oldukça güvenilir olduğunu belirtilmiştir [195, 196].

2.7.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

SEM analizi malzemelerin yüzey morfolojilerini değlendirmek ve incelemek için kullanılan analizlerden birisidir [197]. Odak derinliği, ayrntı gücünün yüksek olması, görüntü ve elde edilen analizi birleştirme gibi özellikleri taramalı elektron mikroskobunun incelemelerde ve çalışmalarda sıkça kullanılan bir yöntem olmasını sağlamaktadır [198]. SEM analizi çalışma prensibi, örneklerin yüzeylerinden yansıyan elektronların kullanılıp bunların görüntü olarak aktarılması işlemidir. İşlem öncesinde incelenecek örneklerin ince bir şekilde altın gibi bir metal kullanılarak kaplanmaktadır. Bu yöntemde örnek yüzeyine, dar ve giderek artan elektron demetleri gönderilerek, yüzey taranmaktadır. Gönderilen elektronlar, çarptığı bölgedeki yüzey atomlarından sekonder elektronlar yayılmasına sebep olur ve bu kopan elektronlar özel dedektörler kullanılarak yakalanırlar. Cihaz, sekonder elektronları yakalayıp elektrik akımına dönüştürerek elde edilen görüntü bilgisayar ekranına aktarılmaktadır [199].

2.8. X-Işını Kırınımı Analizi (XRD)

X-ray difraksiyon (XRD) malzemelerin kristallografik ve kimyasal yapısı hakkında ayrıntılı bilgi edinmeyi sağlayan, ve malzemede herhangi bir zarar oluşturmeyen bir analizdir. Yalnızca atom dizileri hakkında değil aynı zamanda atomların yerleşimleri hakkında da bilgi vermektedir [200]. Bu analizde, X ışınları birkaç mm genişlikte olduğu için, genellikle materyal yüzeyinin bir bölgesi değlendirilmektedir [201].

Y-TZP polikristalin yapıda bir malzemedir ve bu kristal yapıda oluşan faz dönüşümleri zirkonya materyallerinin önemli bir özelliğidir. XRD yöntemiyle zirkonya esaslı materyallerin yaşlandırma ve uygulanan yüzey işlemlerinden sonra, yapılarında meydana gelen faz dönüşümleri incelenebilmektedir. Zirkonyum dioksitin difraksiyon grafiğinde, uygulanan yüzey işlemlerinden önce ve sonra tetragonal fazın pik yaptığı nokta farklı seviyelerde görülebilmektedir [202].

Bu çalışmanın amacı farklı sinterleme aşamalarında uygulanan femtosecond lazer ve/veya tribokimyasal silika kaplama uygulama protokollerinin yüzey pürüzlülüğü, faz dönüşümü ve zirkonya-rezin siman bağlantısı üzerindeki etkileri araştırmaktır.

Çalışmanın sıfır hipotezleri;

- 1) Farklı sinterleme aşamalarında uygulanan farklı yüzey işleme protokollerinden sonra yüzey pürüzlülüğünde önemli bir fark olmayacaktır.
- 2) Monolitik zirkonyaya farklı sinterleme aşamalarında uygulanan farklı yüzey işlemlerinin makaslama bağlanma dayanımı üzerinde bir fark yaratmayacaktır.
- 3) Monolitik zirkonyaya farklı sinterleme aşamalarında uygulanan farklı yüzey protokollerinin zirkonyanın faz dönüşümünde herhangi bir farklılığa yol açmayacaktır.

3. GEREÇ VE YÖNTEM

Bu çalışmada zirkonya seramiğe farklı sinterleme aşamasında uygulanan farklı yüzey işlemlerinin (kontrol, tribokimyasal silika kaplama, femtosaniye lazer ile pürüzlendirme) sonrasında dual cure adeziv rezin simanla simantasyonunun bağlanma dayanımına, pürüzlülüğe ve faz dönüşümüne etkisi incelenmiştir.

Araştırmada kullanılan materyaller, materyallerin tipi, yapısı, lot numarası ve üretivi firmalar tabloda gösterilmiştir (Tablo 3.1). Araştırmada kullanılan cihazlar ve kullanım alanları Tablo 3.2’de gösterilmiştir.

Tablo 3.1. Çalışmada kullanılan materyaller

materyaller	Materyalin Tipi	Materyalin Yapısı	Üretici Firma
inCoris TZI	Yitrium ile stabilize zirkonya seramik	$ZrO_2 + HfO_2 + Y_2O_3 \geq 99.9\%$ 5.4% Y_2O_3 $\leq 5\% HfO_2$ $\leq 0.005\% Al_2O_3$ $\leq 0.02\% Fe_2O_3$ $\leq 0.2\%$ diğer oksitler	Dentsply Sirona, USA
Panavia v5	Dual cure rezin siman	Pasta-A: Bis-GMA, TEGDMA, hidrofobik aromatik dimetakrilat, hidrofilik alifatik dimetakrilat, başlatıcılar, hızlandırıcılar, silanlı baryum cam dolgu maddesi, silanlı floroalminosilikat cam dolgu maddesi, koloidal silika Pasta-B: Bis-GMA, hidrofobik aromatik dimetakrilat, hidrofilik alifatik dimetakrilat, silanlı baryum cam dolgu maddesi, silanlı alüminyum oksit dolgu maddesi, hızlandırıcılar, dl-kamforkinon, pigmentler	Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japonya

		Clearfill Ceramic Primer Plus: 10-methacryloxydecyl Dihydrogen phosphate (MDP), 3- methacryloxypropyl trimethoxysilane (3- TMSPMA), ethanol	
Cojet Sand	Aşındırma materyali	Silika partikülleriyle modifiye edilmiş 30 µm'lik boyutunda Al ₂ O ₃	3M ESPE AG, Seefeld, Almanya

Tablo 3.2. Çalışmada kullanılan cihazlar

Cihaz	Model	Kullanım amacı
Elmas kesme cihazı	Isomet 1000, Buehler lake Bluff, IL, ABD	Örnek hazırlanması/blokların kesilmesi
Ağız içi kumlama cihazı	Microblaster, Bilbao, İspanya	Örnek yüzeylerin 30 µm silika ile modifiye edilmiş Al ₂ O ₃ cojet kumu ile pürüzlendirmesi
Ultrasonik cleaner	Mixta Muyt 1052	Örneklerin ultrasonik olarak temizlenmesi işlemi
Femtosaniye lazer	Femtosaniye Oscillator Laser System Palitra	Örneklerin femtosecond lazer ile pürüzlendirilmesi
Etüv	Nüve inkübatör EN 120	Örneklerin 37 C distile suda bekletilmesi
Sinterleme fırını	Redon magma	Örneklerin sinterlenmesi
XRD cihazı	EVA, Bruker AXS, Karlsruhe, Almanya	Örneklerin faz dönüşümünün tespiti
Optik profilometre	Profilim 3D, Filmetrics, USA	Örneklerin pürüzlülüğünün ölçülmesi
Taramalı elektron mikroskopu	Quanta Feg 250, FEI, USA	Örneklerin topografyasının görüntülenmesi
Makaslama bağlanma testi cihazı	DVT, Devotrans Ltd.Şti, Türkiye	Shear bağlantı kuvvetinin ölçülmesi

Stereomikroskop	Stemi 508, Zeiss. Almanya	Kırılma sonrası bağlantı başarısızlık tiplerinin incelenmesi
-----------------	------------------------------	--

3.1. Zirkonyum Oksit Örneklerin Hazırlanması

Bu çalışmada kullanılan zirkonya örnekler 5Y-TZP zirkonyum oksit bloklardan (inCoris TZI, Dentsply Sirona, USA) elde edildi (Resim 3.1).



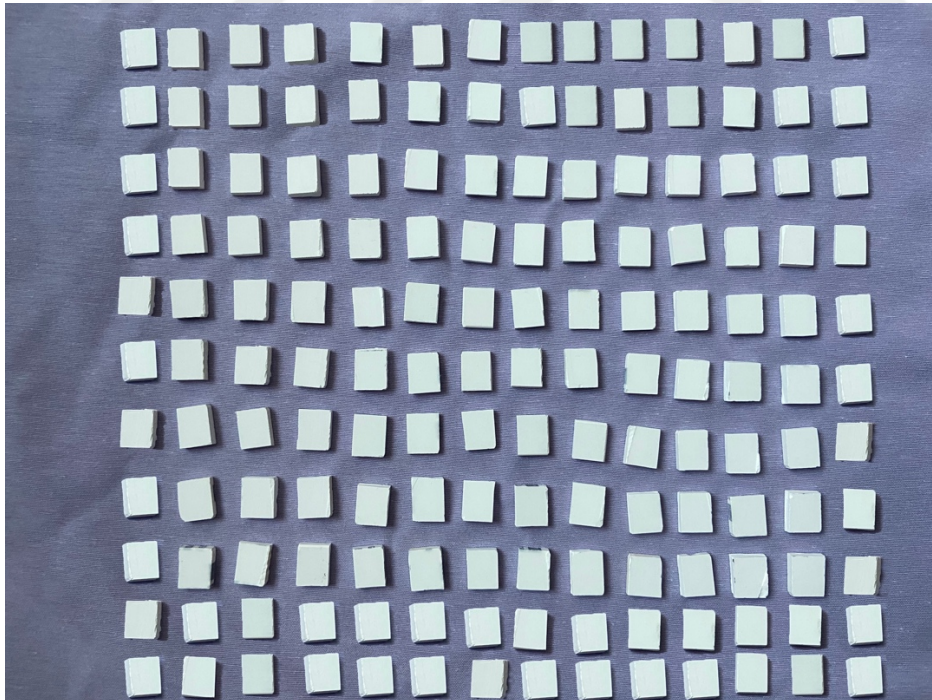
Resim 3.1. Çalışmada kullanılan translüsent zirkonyum blok

Zirkonyum oksit bloktan, 9.5x7.5x2.5 mm boyutlarında 144 adet örnek, Akdeniz Üniversitesi Diş Hekimiği Fakültesi Araştırma Laboratuvarında, Isomet hassas kesme cihazında (Low Speed Saw, Buehler lake Bluff, IL ABD) özel elmas disk (Diamond Wafering Blade Series 15 HC Diamond No. 114244, IL ABD) kullanılarak su soğutması altında kesilerek hazırlandı (Resim 3.2).



Resim 3.2 Isomet hassas kesme cihazı

Örneklere yüzey işlemi uygulanmadan önce standart bir yüzey elde etmek için, örnekler sırasıyla 600 grit, 800 grit ve 1000 grit silikon karbid zımparalarla akan su altında tesviye edildi (Resim 3.3).



Resim 3.3 Araştırmada kullanılan tüm örnekler

3.2. Test Gruplarının Oluşturulması

Hazırlanan zirkonya örnekler randomize olarak her bir grupta 16 örnek olacak şekilde 9 eşit gruba bölündü. Tablo 3.3 'te çalışmalardaki gruplar özetlenmiştir.

Tablo 3.3. Deney grupları ve uygulanan işlemler

Gruplar	Sinterden önce	Sinterden sonra	Örnek sayısı
Grup 1 (C)	Kontrol grubu		16
Grup 2 (SÖT)	tribokimyasal silika kaplama		16
Grup 3 (SÖF)	femtosaniye lazer uygulama		16
Grup 4 (SÖT+SST)	tribokimyasal silika kaplama	tribokimyasal silika kaplama	16
Grup 5 (SÖF+SST)	femtosaniye lazer uygulama	tribokimyasal silika kaplama	16
Grup 6 (SST)		tribokimyasal silika kaplama	16
Grup 7 (SSF)		femtosaniye lazer uygulama	16
Grup 8 (SSF+SST)		femtosaniye lazer uygulama + tribokimyasal silika kaplama	16
Grup 9 (SST+SSF)		Tribokimyasal silika kaplama + femtosaniye lazer uygulama	16

3.2.1. Zirkonyum Oksit Örneklerle Tribokimyasal Silika Kaplama Prosedürlerinin Uygulanması

Zirkonyum örnek yüzeyine 30 µm'lik silika ile modifiye edilmiş alüminyum oksit kumu kullanılarak (Cojet Sand, 3M ESPE AG, Seefeld, Almanya) tribokimyasal silika kaplama işlemi uygulandı (Resim 3.4). Bu yüzey işlemi; ağız içi kumlama cihazı (Microblaster, Bilbao, İspanya) kullanılarak 2,8 bar basınç altında 15 s boyunca örnek yüzeyi ile arasındaki mesafe 10 mm olacak şekilde ayarlanarak uygulandı (Resim 3.5).



Resim 3.4 Çalışmada kullanılan cojet kumu

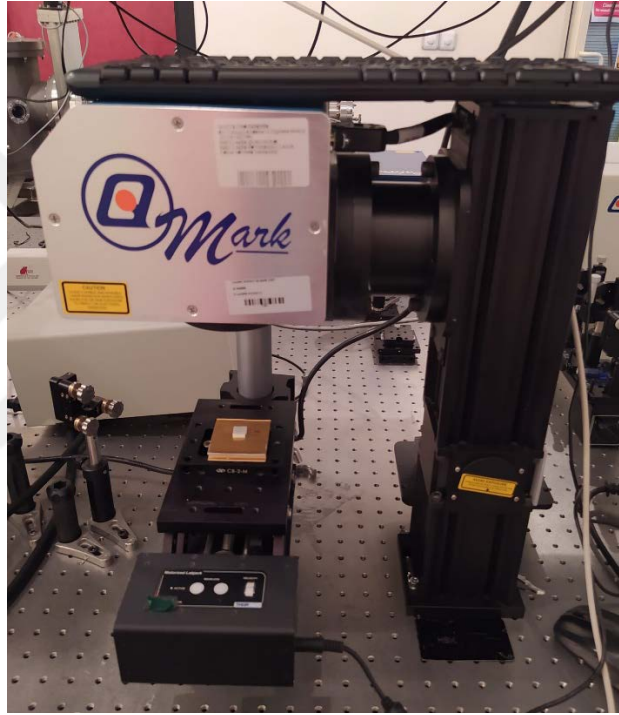


Resim 3.5 Zirkonya örneklere Cojet'in uygulanması

3.2.2. Zirkonyum Oksit Örnekler'e Femtosaniye Lazer Prosedürlerinin Uygulanması

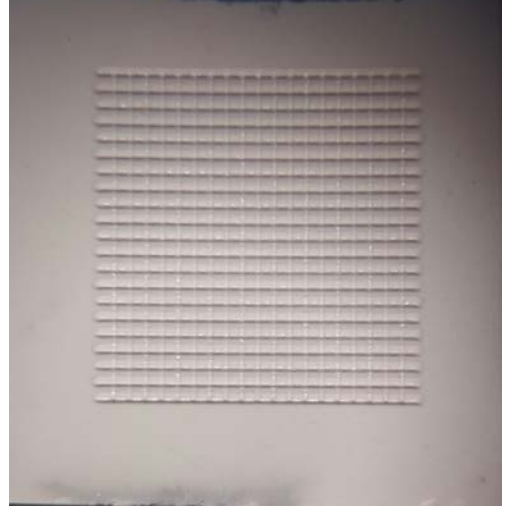
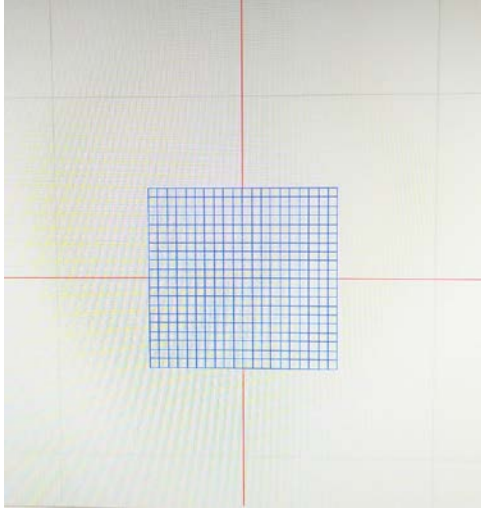
Zirkonya numuneleri üzerine lazerle mikro işleme, bir pompa lazeri ve bir amplifikatör lazer sisteminden oluşan bir Ti: Sapphire kristaliyle femtosaniye darbeli lazer sistemi

kullanılarak gerçekleştirilmektedir. Bu lazer, 85 MHz tekrarlama hızı ile 90 femtosaniye süresinde lazer darbeleri üreten ve bir amplifikatör sistemini pompalayan bir osilatördür (Ti-Light, Quantronix, NY). Bu osilatör (pompa) lazeri, çıkış olarak darbe başına 3 nJ enerji sağlamaktadır ve 800 nm dalga boyunda 90 femtosaniye darbe süresi sağlayan bir amplifikatör lazere sunulmaktadır. Lazer amplifikatör çıkışı, 1–3 kHz tekrarlama hızıyla darbe başına 3,5 mJ enerji üretmektedir (Integra-C-3.5, Quantronix, NY). Lazer ışını enerjisi, nötr yoğunluk bir filtresi ile kontrol edilmektedir ve istenilen değere ayarlanabilmektedir. İstenen deseni elde etmek için bilgisayar kontrollü lazer mikro işleme sistemi kullanılabilmektedir (Resim 3.6).



Resim 3.6 Çalışmada kullanılan femtosaniye lazer cihazı

Femtosecond lazer cihazına yerleştirilen zirkonya örnekler ile lazer ışını mikro işleme sistemine yönlendirilmiş; femtosecond lazer ışını, mikro işleme için 11 cm odak noktasına sahip bir f-teta lens kullanılmıştır. 30mm/s lazer markalama hızı ve 125 mm/s atlama hızı uygulanmıştır. Bu çalışmada kullanılan lazer gücü 800 mW'tır. Tüm örnekler 20 kez tekrar uygulanmıştır. Femtosecond lazer mikro işleme sistemi kullanılarak zirkonya örnekler üzerinde 5mmx5mm alana kare şekilli yüzeyler oluşturulmuştur. Çizgiler arası genişlik 250 μ m'dir (Resim 3.7).



Resim 3.7 Femtosaniye lazer ile uygulanan şeklin programda ve seramik yüzeyde görüntüsü

3.3. Örnekler Yüzey İşlemlerinin Uygulanması

Zirkonyum oksit örnekleri (n=144) sinterleme işleminden önce ve sonra olmak üzere 9 farklı yüzey işlemi uygulanması amacıyla 9 alt gruba ayrıldı:

Grup 1 (C): Kontrol grubu. Hiçbir yüzey işlemi uygulanmadı.

Grup 2 (SÖT): Örnekler sinterlenmeden ağız içi kumlama cihazıyla 30 μm 'lik silika ile modifiye edilmiş alüminyum oksit kumu kullanılarak tribokimyasal silika kaplama işlemi uygulandı. Ve daha sonra sinterize edildi.

Grup 3 (SÖF): Örnekler sinterlenmeden önce femtosecond lazer uygulanarak kare şekilli yüzeyler elde edildi. Ve daha sonra sinterize edildi.

Grup 4 (SÖT+SST): Örnekler sinterlenmeden önce tribokimyasal silika kaplama işlemi uygulandı. Sinterize edildikten sonra tekrar tribokimyasal silika kaplama işlemi uygulandı.

Grup 5 (SÖF+SST): Örnekler sinterlenmeden önce femtosecond lazer uygulanarak kare yüzeyler elde edildi. Sinterize edildikten sonra tribokimyasal silika kaplama işlemi uygulandı.

Grup 6 (SST): Sinterize örneklere tribokimyasal silika kaplama işlemi uygulandı.

Grup 7 (SSF): Sinterize örneklere femtosecond lazer yüzey işlemi uygulandı.

Grup 8 (SSF+SST): Sinterize örneklere femtosecond lazer yüzey işlemi uygulandıktan sonra tribokimyasal silika kaplama işlemi uygulanmıştır.

Grup 9 (SST+SSF): Sinterize örneklere tribokimyasal silika kaplama işlemi uygulandıktan sonra femtosecond lazer yüzey işlemi uygulanmıştır.

3.4. Zirkonyum Örneklerin Sinterlenmesi

Elde edilen örnekler üretici firmanın önerilerine uygun bir şekilde sinterleme fırını (redon magma, Turkey) kullanılarak uygun programda sinterlendi (Tablo 3.4) (Resim 3.8).

Tablo 3.4. Zirkonya örneklerin sinterlenme programı

Isıtma oranı	Tutma sıcaklığı	Tutma süresi
°C/dk	°C	dk
25	800	0
15	1510	120
30	200	0



Şekil 3.8 Redon magma sinterleme fırını

Sinterleme sonrasında örneklerin hesaplandığı gibi %20 oranında büzülüp, 6x7.5x2mm boyutuna küçüldüğü gözlemlendi.

Tüm örneklerin yüzey işlemleri tamamlandıktan sonra, yüzeydeki artıkların temizlenebilmesi için ultrasonik temizleyicide (Mixta Muylt 1052, Ankara, Türkiye) distile su içerisinde 15 dakika bekletildi (Resim 3.9).



Şekil 3.9 Ultrasonik temizleme cihazı.

3.5. Yüzey Pürüzlülüğünün Değerlendirilmesi

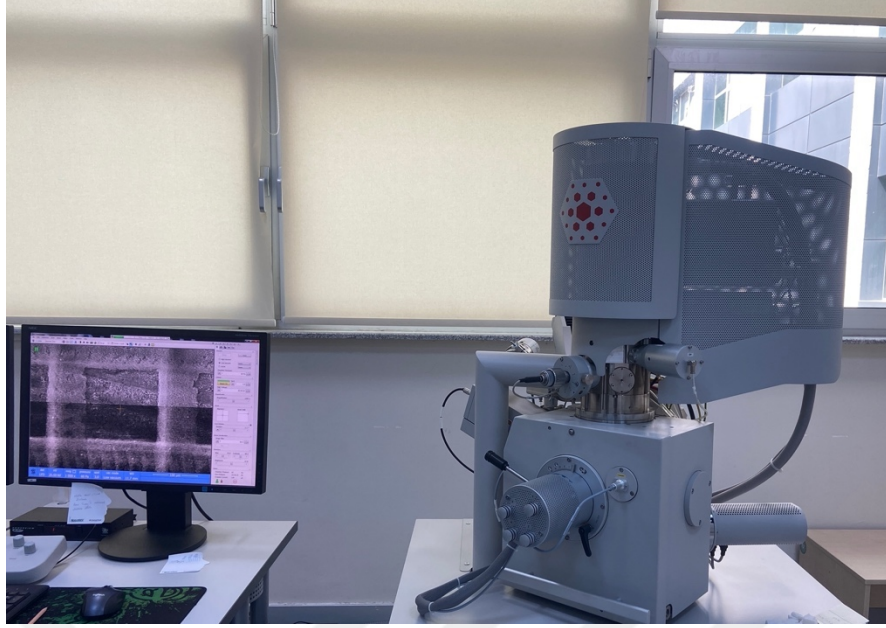
Her gruptan rastgele seçilen birer adet örneğin yüzey pürüzlülük ölçümleri için optik profilometre cihazı (Profilim 3D, Filmetrics, USA) kullanıldı (Resim 3.10). Çalışmamızda Çukurova Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'ndaki optik profilometre cihazı kullanılmıştır.



Resim 3.10 Profilometre cihazı ile yüzey pürüzlülüğü ölçümü

3.6. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizi

SEM analizi, zirkonya örneklerin 9 farklı yüzey işleminin yüzey pürüzlülüğüne etkisini ve yüzey topografyasını incelemek amacıyla her gruptan rastgele birer adet örnek seçilerek incelendi. Bu analiz için seçilen örneklerin SEM (Quanta Feg 250, FEI, USA) görüntüleri 250X, 500X, 1000X ve 2000X büyütme altında elde edildi ve yüzey görüntüleri alındı (Resim 3.11).



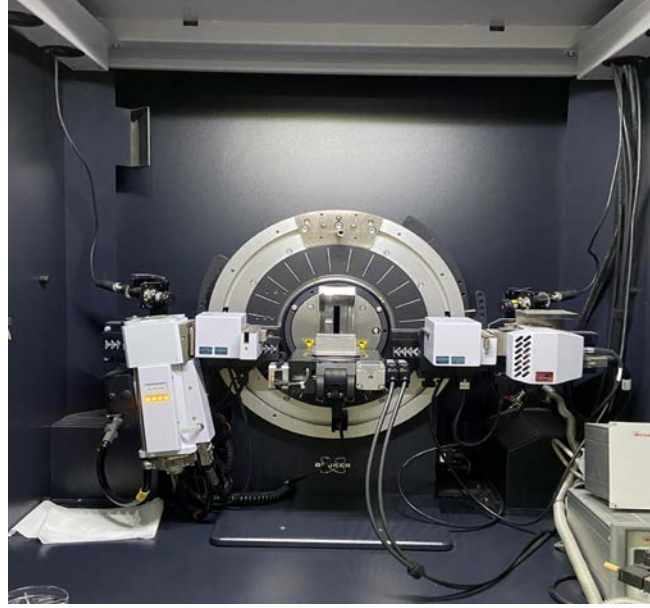
Resim 3.11 Çalışmada kullanılan SEM cihazı

3.7. X-Işını Kırınımı (XRD) Analizi

X-ışını kırınımı analizi, Selçuk Üniversitesi İleri Teknoloji Araştırma ve Uygulama Merkezi'nde gerçekleştirildi.

Örneklerin kristal yapı analizleri, monokromatik $\text{CuK } \alpha$ ışını kullanan X-ışını difraktometre (Bruker D8 Advance, Bruker AXS, Karlsruhe, Almanya) ile yapıldı (Resim 3.12). Analizi yapılan örnekler, cihazın numune tutucusuna yerleştirildi. Örnek yüzeyinde, 0.036° adım aralığıyla, 20° - 40° 2θ açıları arasında tarandı (Lynxeye dedector, Bruker AXS, Karlsruhe, Almanya).

X-ışını kırınımı sonucu bulunan yoğunluk değerleri kaydedildi. Elde edilen veriler, difraktometreye bağlı olan yazılım programında (DIFFRAC EVA, Bruker AXS, Karlsruhe, Almanya) ve ICCD(International Center For Diffraction Data) datalarına göre değerlendirildi.



Resim 3.12 X ışını kırınım cihazı

Her örnekte, yoğunluğun arttığı alanlarda izlenen en yüksek değer ve bu değerlerin gözlendiği 2θ açıları belirlendi. Hanawalt yöntemine göre her bir numunenin bileşenleri analiz edildi [203].

Örneklerin işlem uygulanmış yüzeylerindeki faz değiştirmiş monoklinik zirkonyanın tetragonal faza oranla göreceli miktarı (X_m) Garvie ve Nicholson yöntemine [204] göre aşağıdaki denklem kullanılarak belirlendi.

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

I: Faz yoğunluğunun en yüksek değeri

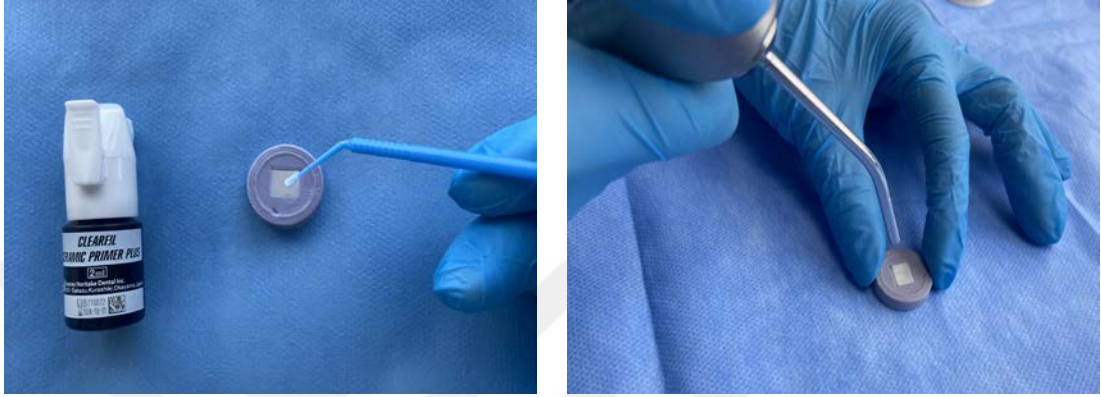
m(111): Monoklinik faza ait (111) kristal geometrisi gösteren düzlem

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

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

3.8. Simantasyon Prosedürü

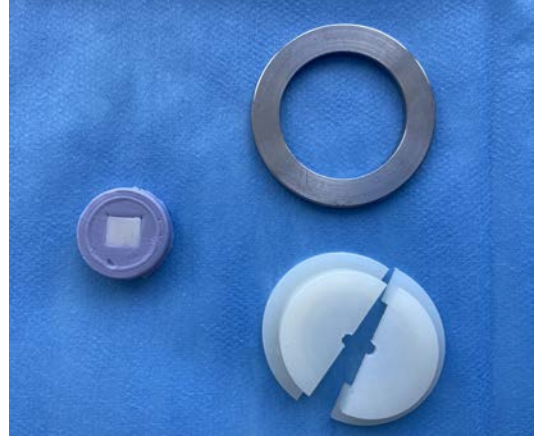
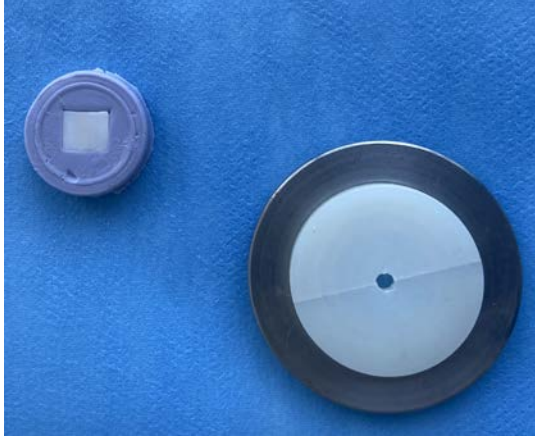
Örneklerin bağlantı yüzeylerine Clearfil Ceramic Primer Plus (Kuraray Medical Inc, Okuyama, Japonya) yüzeye 10 saniye boyunca aplikatör yardımıyla uygulandı, kimyasal reaksiyonun gerçekleşmesi için 60 sn beklendi ve ardından 5 sn süreyle hafif bir şekilde hava ile kurutuldu (Resim 3.13).



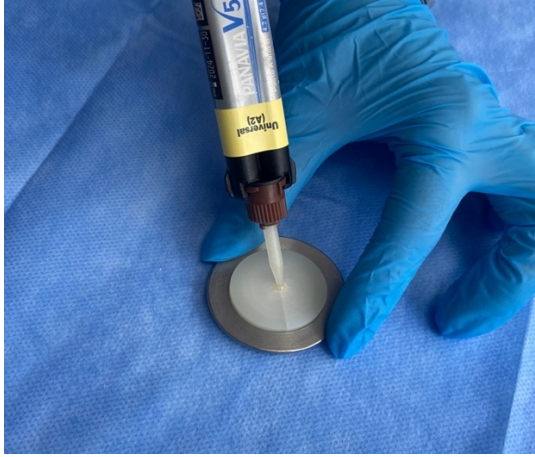
Resim 3.13 Örneklerle primer uygulanması ve hava ile kurutulması

Zirkonya örneklerin yüzeyine Panavia V5 (Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japonya) self adeziv resin siman uygulanabilmesi için 3mm çapında 2 mm yükseklikte ikiye ayrılabilir teflon aperey kullanıldı (Resim 3.14). Apereyin iç kısmı örneklerden büyük olduğu için a tipi silikondan örneğin oturacağı bir alanın olduğu bir kalıp hazırlandı. Örnekler, oluşturulan bu alana yerleştirildikten sonra teflon aperey üzerine oturtuldu ve siman yerleştirildi (Rsim 3.15).

Teflon kalıbın kalınlığından dolayı tam polimerizasyonun sağlanabilmesi için 40 sn ışık cihazı (Guilin woodpecker, Çin) ile polimerizasyon sağlandı. Ardından teflon kalıp uzaklaştırıldı (Resim 3.16).



Resim 3.14 Teflon aperey ve hazırlanan silikon kalıp



Resim 3.15 Örneklere siman uygulanması ve simanın polimerizasyonu



Resim 3.16 Bağlandıktan sonra örneklerin görünümü

Dual cure rezin simanların polimerizasyonunun tamamlanması için gereken süre üretici firma talimatları doğrultusunda 24 saat olarak belirlendi ve bu süre içinde bağlanmış örnekler distile suda 37°C sıcaklıkta etüv (Nüve inkübatör EN 300, Ankara, Türkiye) içinde bekletildi (Resim 3.17). Etüvde bekletmenin ardından örnekler bağlanma testi yapılana kadar ışık geçirmeyen kapalı bir ortamda bekletildi.



Resim 3.17 Etüv cihazı

3.9.Makaslama Bağlanma Dayanım Testi

Simanların örneklere bağlanmasının ardından tüm örnekler İmıcryl Diş Malzemeleri San. Tic. A.Ş. arge laboratuvarında bulunan universal test cihazında (DVT, Devotrans Ltd.Şti, Türkiye) makaslama bağlanma dayanımı testi uygulandı(Resim 3.18).

Uygulama ucu keski şeklinde ve rezin bağlantı ara yüzüne paralel olacak şekilde yerleştirilerek örneklerde kopma oluncaya kadar 1 mm/dk yükleme hızıyla kuvvet uygulandı.

Kopma anındaki kuvvet Newton birimiyle tespit edilip bağlantı alanına (mm^2) bölünerek MPa birimiyle makaslama bağlanma değerleri hesaplandı.

S [Makaslama (shear) bağlanma dayanımı (MPa)] = F [Kırılma noktasındaki kuvvet (N)] / A [Bağlanma yüzey alanı (mm^2)] formülü ile hesaplanmaktadır.



Resim 3.18 Universal test cihazı ve uygulama aparatı

3.10. Kopma Yüzeylerinin Stereomikroskop ile İncelenmesi

Kopma tiplerinin belirlenmesi için makaslama testi uygulanan zirkonya-rezin siman arayüzeyi Akdeniz Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Endodonti Anabilim Dalında stereomikroskop ile incelendi (Resim 3.19).



Resim 3.19 Başarısızlık tiplerinin belirlendiği stereomikroskop ve bilgisayar düzeneği

Her grup için görülen başarısızlık tipleri şu şekilde sınıflandırılmıştır:

1. Koheziv kopma: Rezin siman veya seramik içindeki koheziv kopmanın görüldüğü durumdur.
2. Adeziv kopma: Seramik-rezin siman bağlantısında ise adeziv kopma görüldüğü durumdur.
3. Karışık tip kopma: Seramik-rezin siman ara yüzünde rezin simanın adeziv ve koheziv kopmanın birlikte görüldüğü durumdur.

3.11. İstatistiksel Analiz

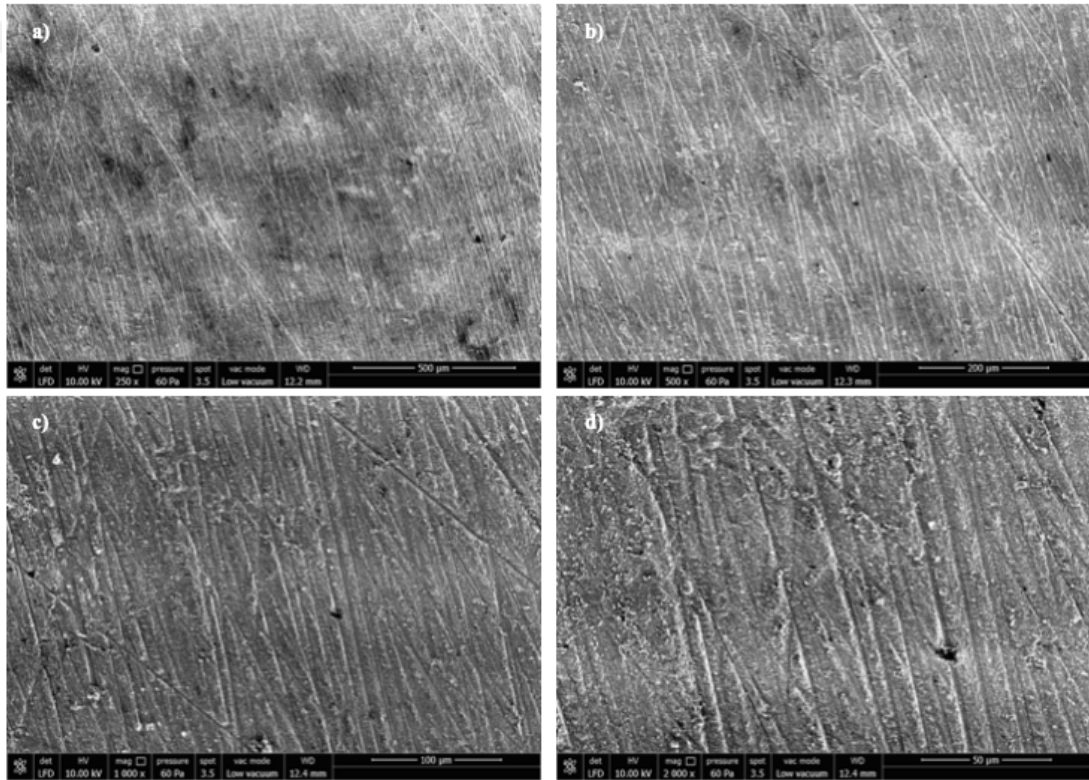
Veriler IBM SPSS V23 (IBM, New York, ABD) programı ile analiz edildi. Veri setinin analizi öncesinde, kullanılacak istatistiksel yöntemin belirlenmesi için ilgili değişkenlerin normal dağılıma uyum sağlayıp sağlamadıkları test edilmiştir. Bu aşamada Kolmogorov-Smirnov ve Shapiro-Wilk testlerinden yararlanılmıştır (İstatistiksel anlamlılık düzeyi $p=0,05$ alınmıştır). Blok ve yüzey işlemine göre bağlanma değerlerinin karşılaştırılmasında ‘Tek Yönlü ANOVA’ analizi kullanıldı. Çoklu karşılaştırma sonuçları ‘Tukey HSD’ testi ile incelendi. Analiz sonuçları ortalama $\pm$ standart sapma olarak sunuldu. İstatistiksel olarak önem düzeyi $p<0,05$ alındı.

4. BULGULAR

Bu çalışmada zirkonya yüzeylere uygulanan farklı yüzey işlemlerinin yüzey pürüzlülüğüne, faz dönüşümüne ve dual cure adeziv rezin simanın makaslama bağlanma dayanımına etkisini in vitro olarak değerlendirilmiştir.

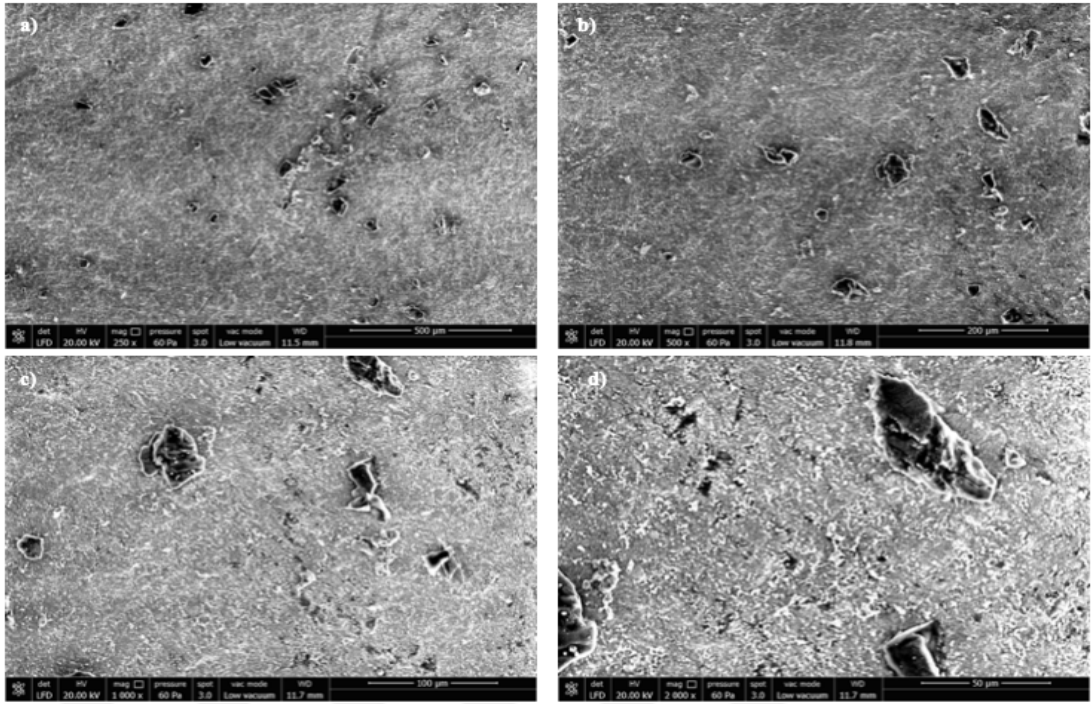
4.1. Yüzey İşlemlerinin Pürüzlülüğe Etkisinin SEM ile İncelenmesi

Yüzey pürüzlülüklerinin farklı büyütme ölçeklerinde görüntüleri alındı. (250X, 500X, 1000X, 2000X)



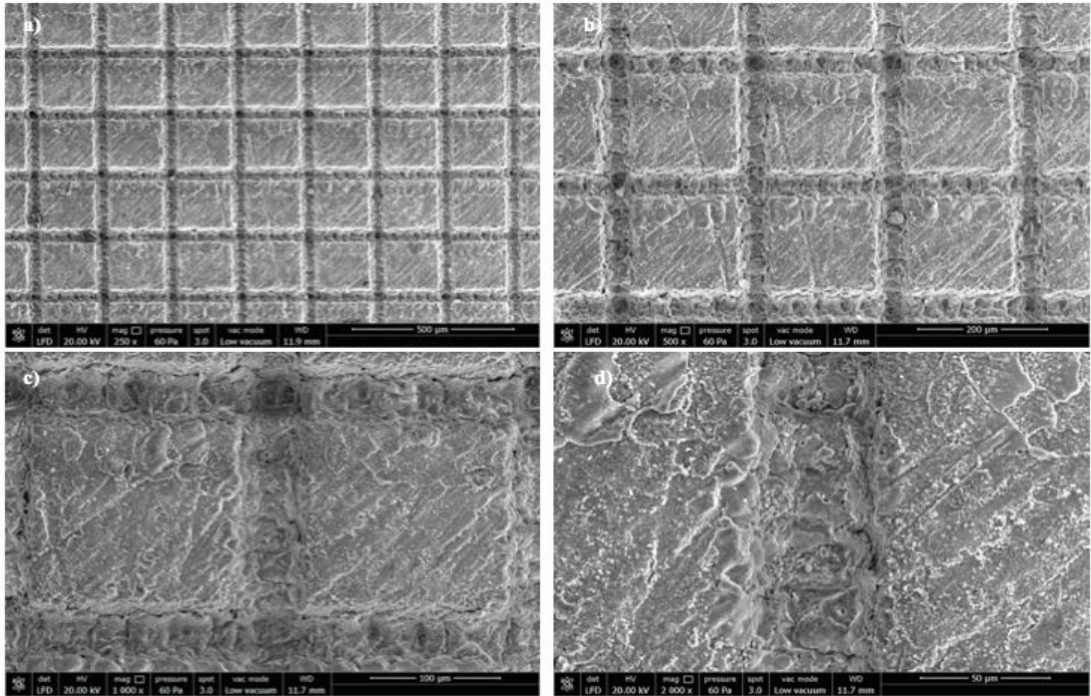
Şekil 4.1 Kontrol grubunun SEM analizi görüntüleri

a: 250 X b: 500 X c: 1000 X d: 2000 X



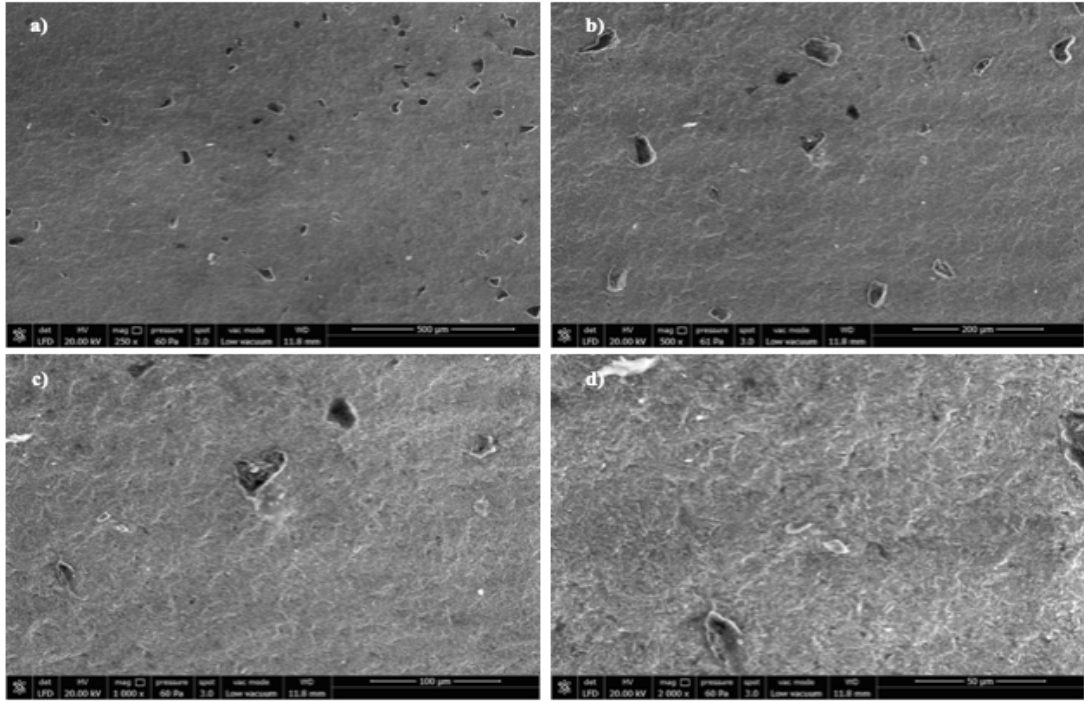
Şekil 4.2 SÖT grubunun SEM analizi görüntüleri

a: 250 X b: 500 X c: 1000 X d: 2000 X



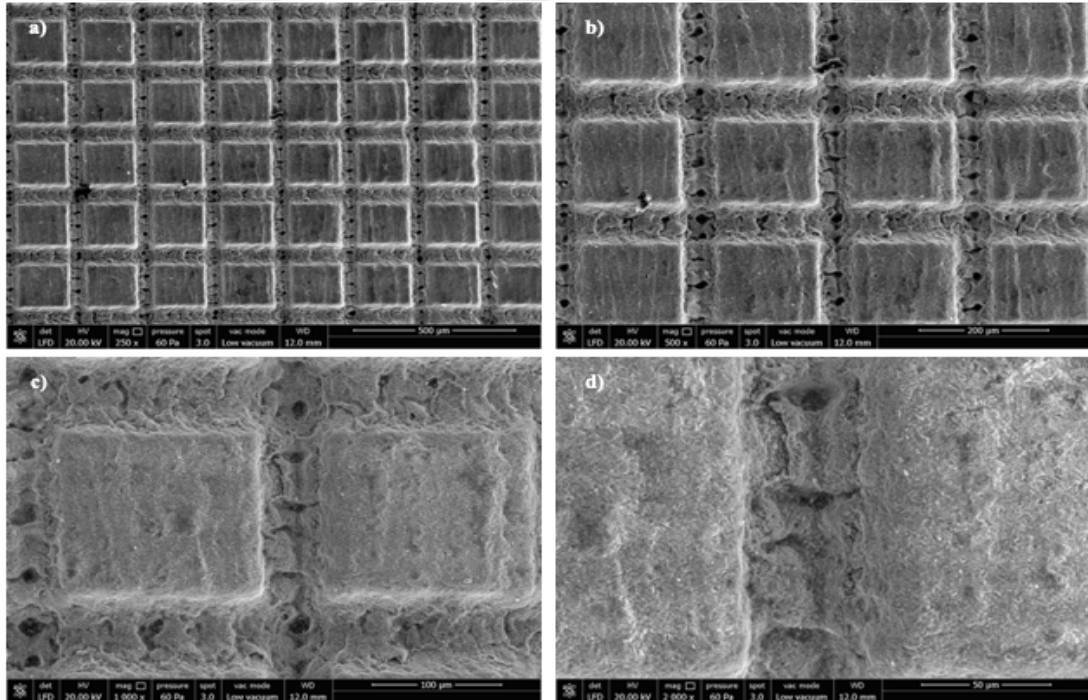
Şekil 4.3 SÖF grubunun SEM analizi görüntüleri

a: 250 X b: 500 X c: 1000 X d: 2000 X



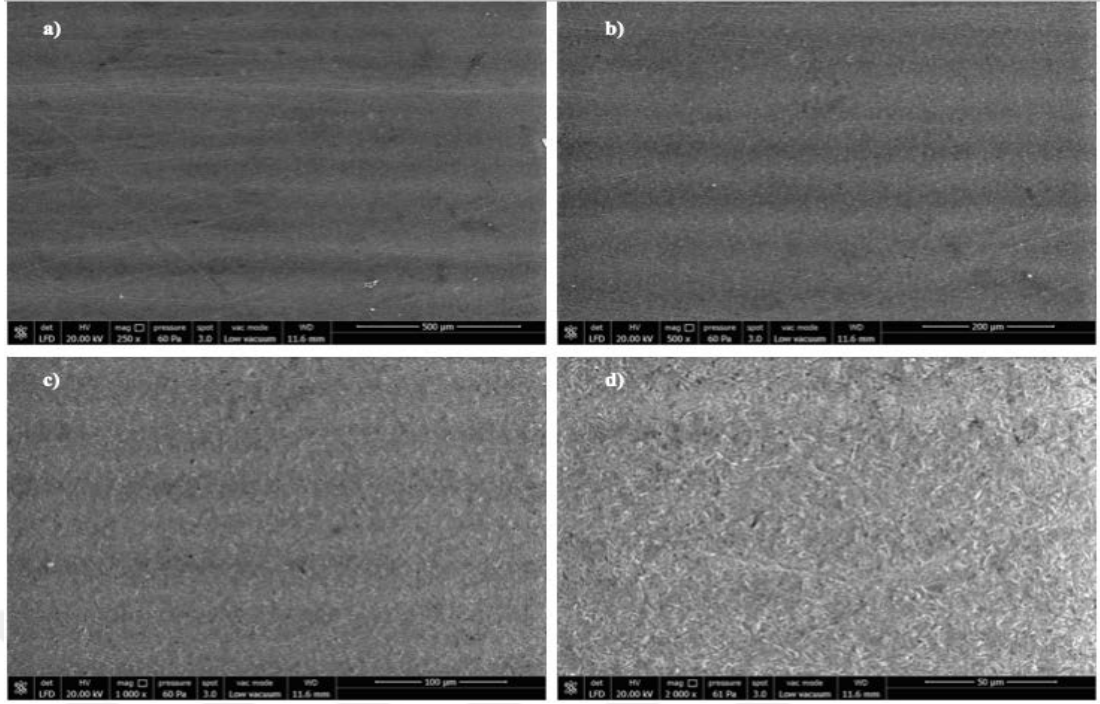
Şekil 4.4 SÖT+SST grubunun SEM analizi görüntüleri

a: 250 X b: 500 X c: 1000 X d: 2000 X



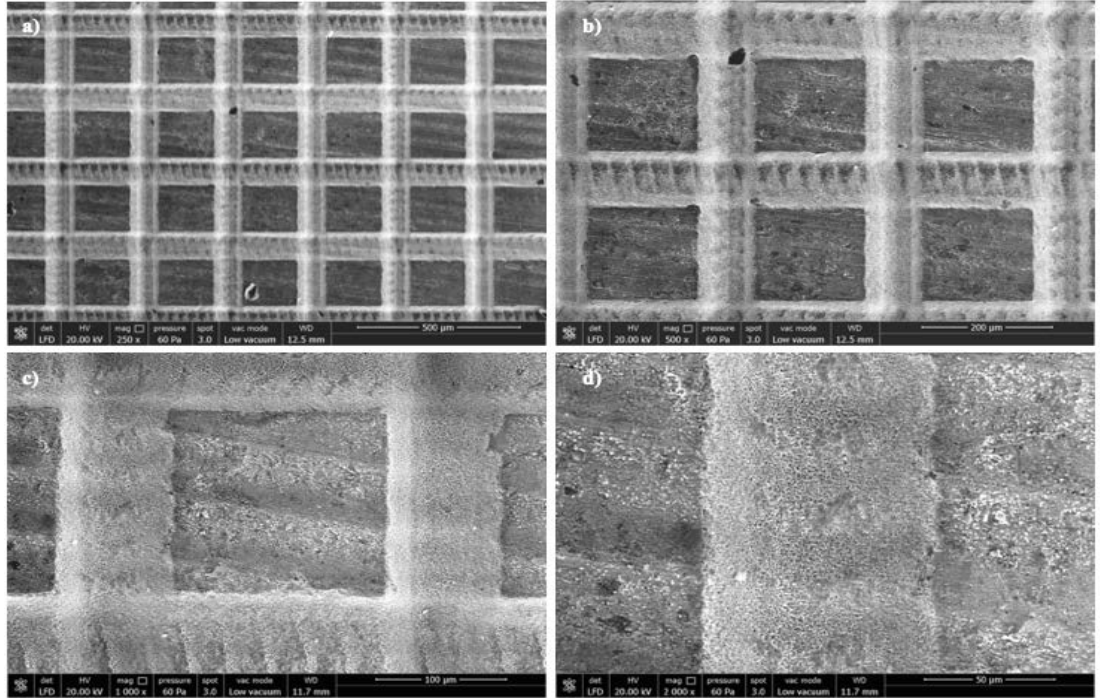
Şekil 4.5 SÖF+SST grubunun SEM analizi görüntüleri

a: 250 X b: 500 X c: 1000 X d: 2000 X



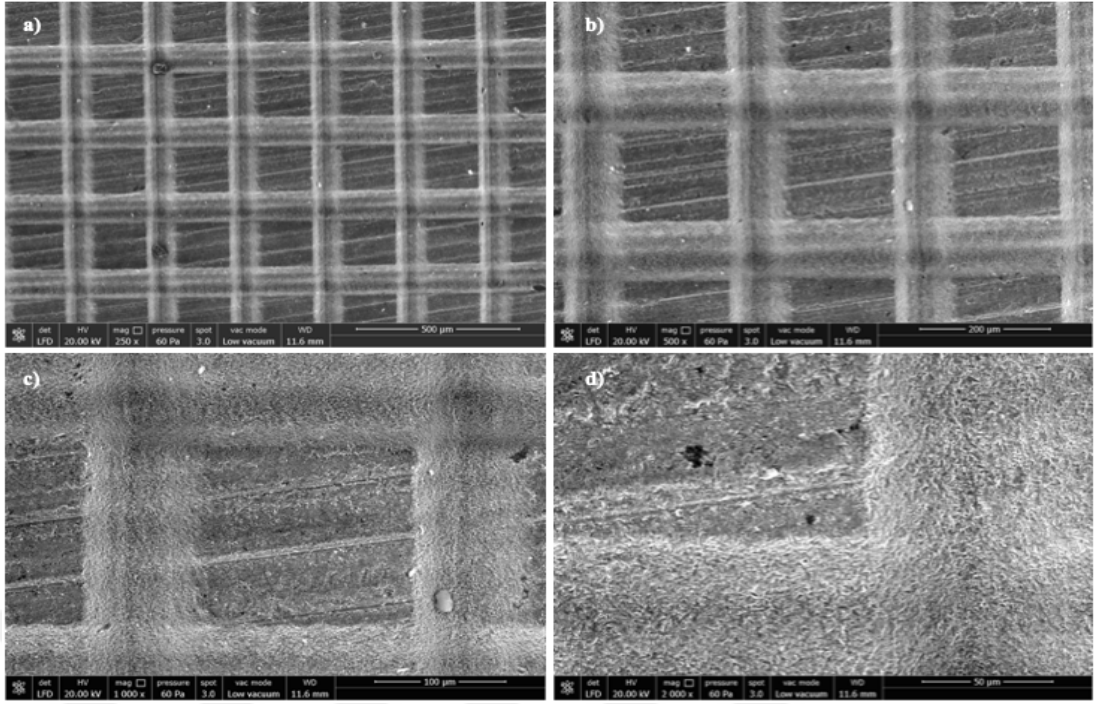
Şekil 4.6 SST grubunun SEM analizi görüntüleri

a: 250 X **b:** 500 X **c:** 1000 X **d:** 2000 X



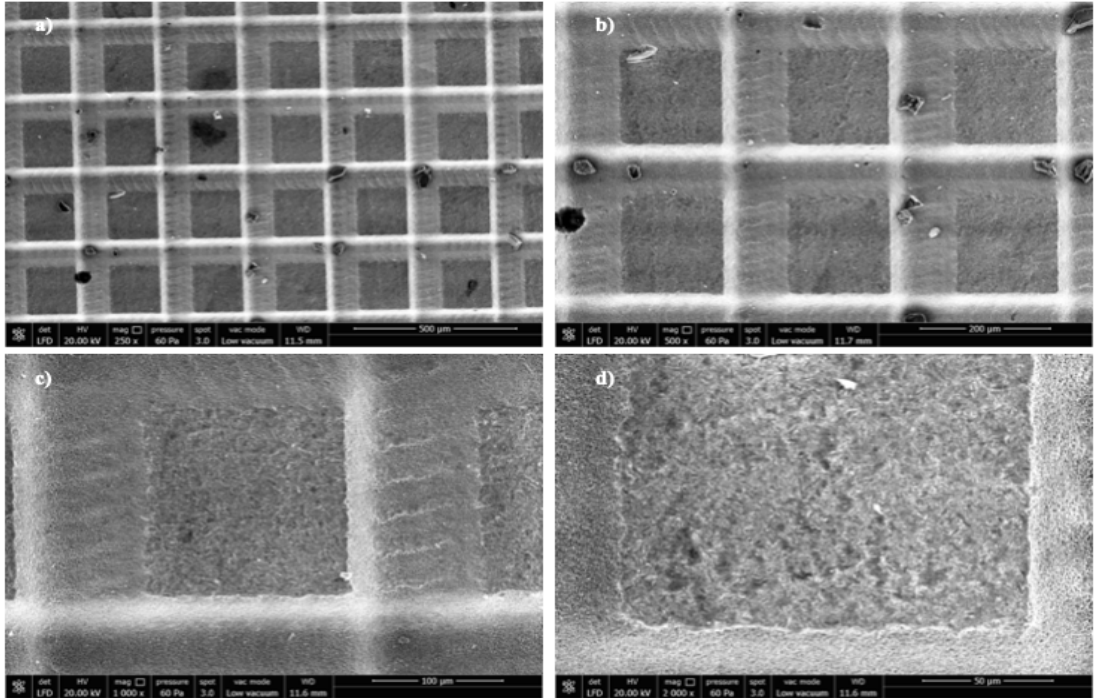
Şekil 4.7 SSF grubunun SEM analizi görüntüleri

a: 250 X **b:** 500 X **c:** 1000 X **d:** 2000 X



Şekil 4.8 SSF+SST grubunun SEM analizi görüntüleri

a: 250 X b: 500 X c: 1000 X d: 2000 X

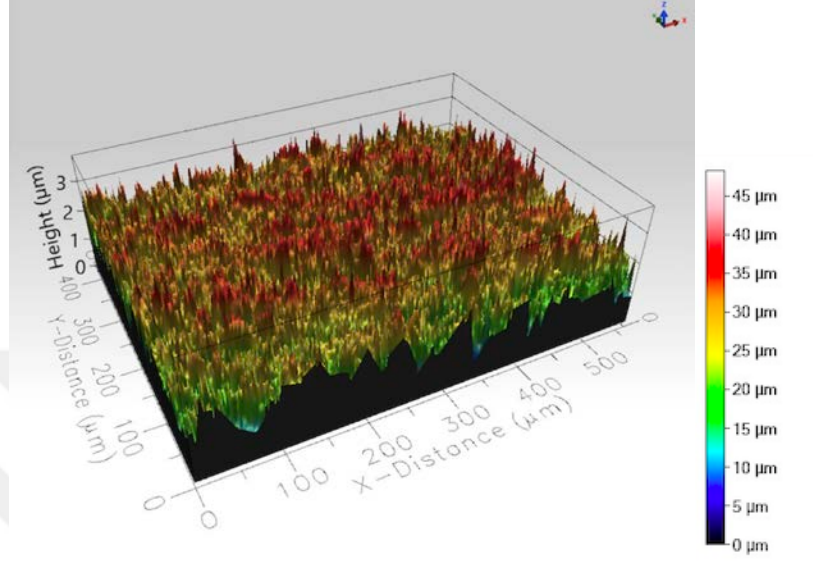


Şekil 4.9 SST+SSF grubunun SEM analizi görüntüleri

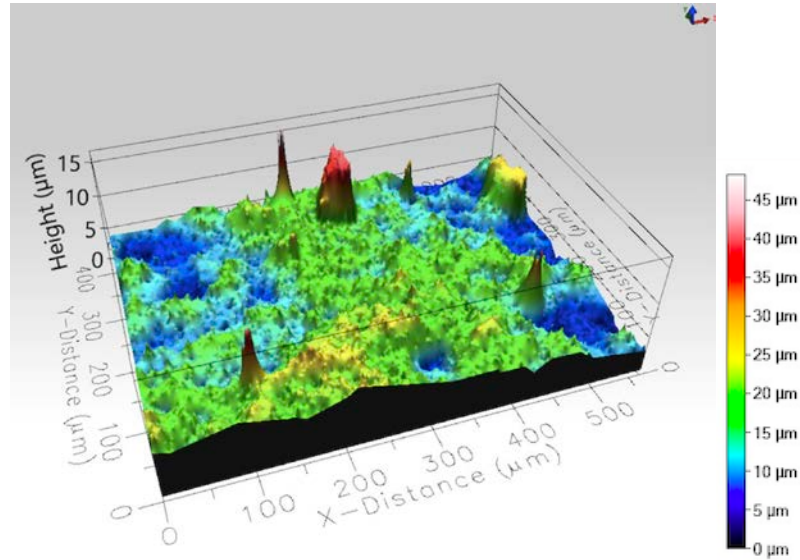
a: 250 X b: 500 X c: 1000 X d: 2000 X

4.2. Yüzey İşlemlerinin Pürüzlülük Üzerindeki Etkisinin İncelenmesi

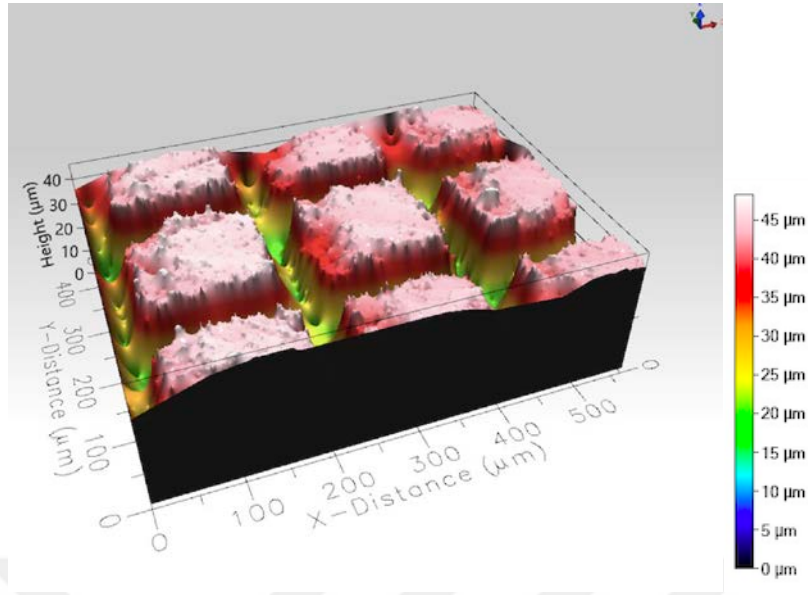
Yüzey topografyasının optik profilometre görüntüleri ve pürüzlülük değerleri (Tablo 4.1).



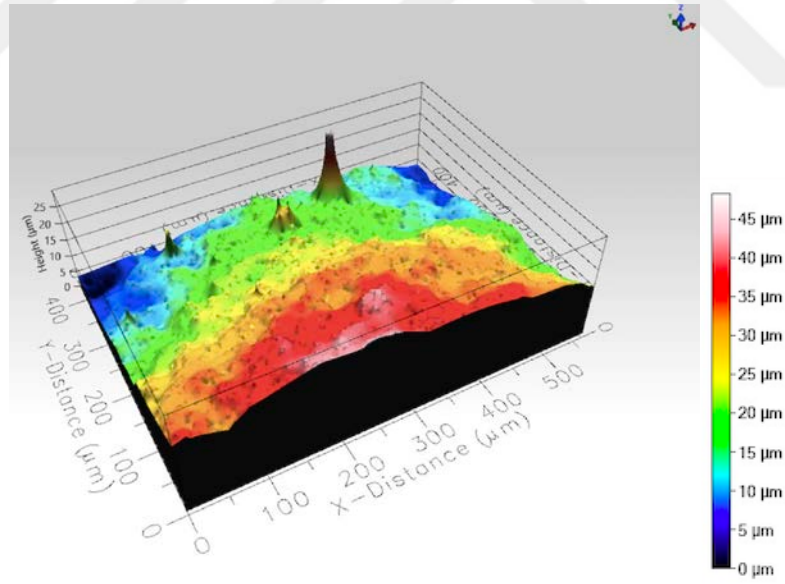
Şekil 4.10 Kontrol grubuna ait optik profilometre görüntüsü



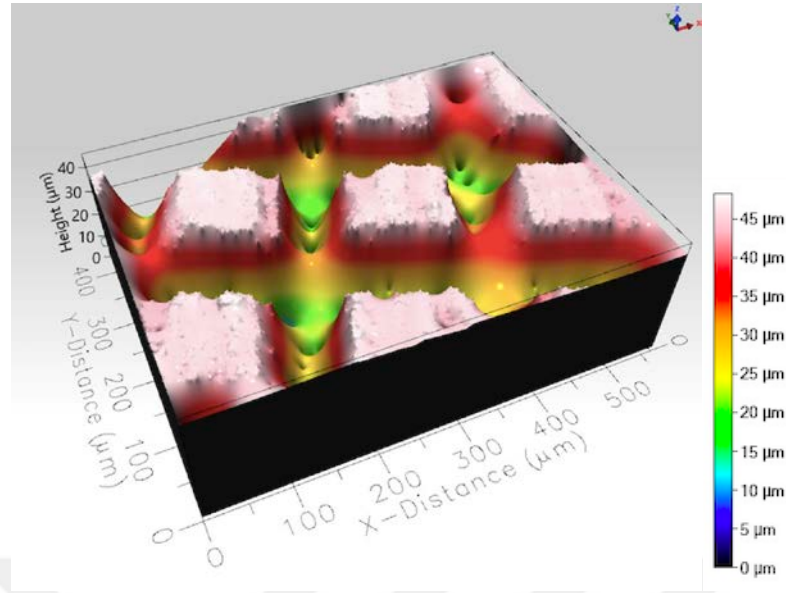
Şekil 4.11 Grup 2'ye (SÖT) ait optik profilometre görüntüsü



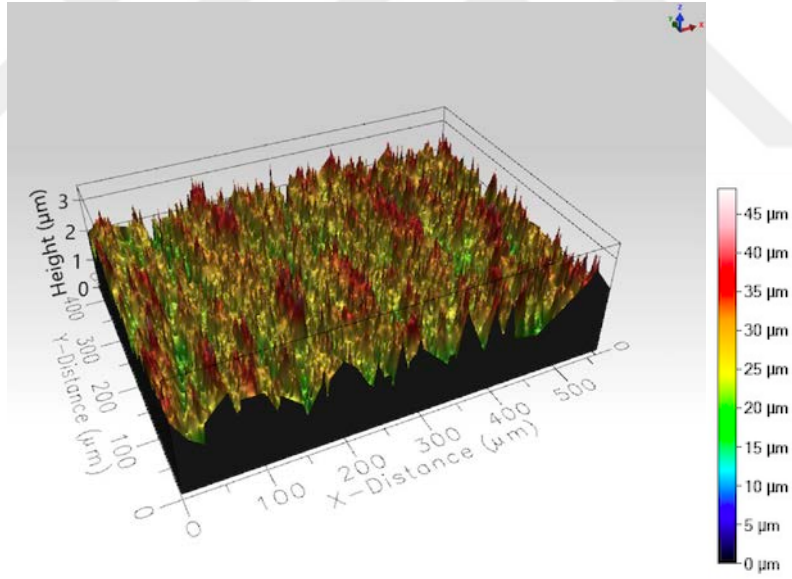
Şekil 4.12 Grup 3'e (SÖF) ait optik profilometre görüntüsü



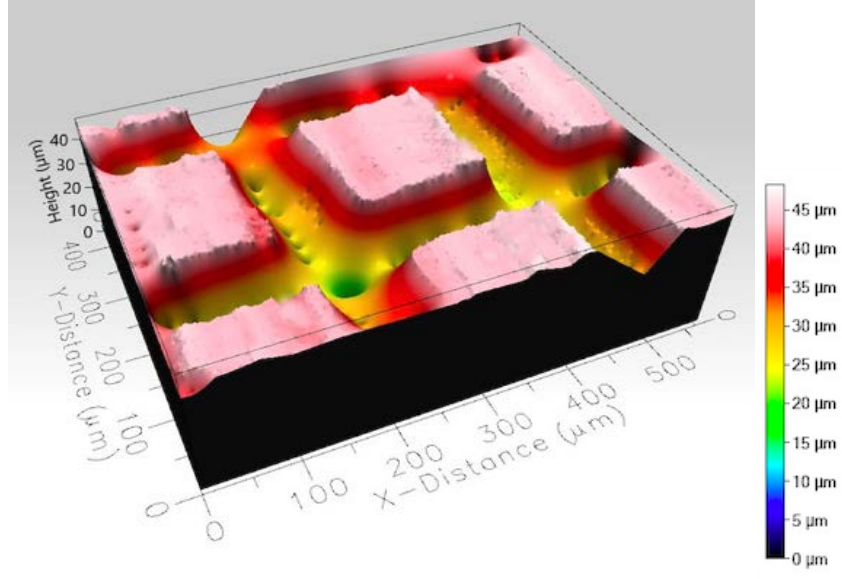
Şekil 4.13 Grup 4'e (SÖT+SST) ait optik profilometre görüntüsü



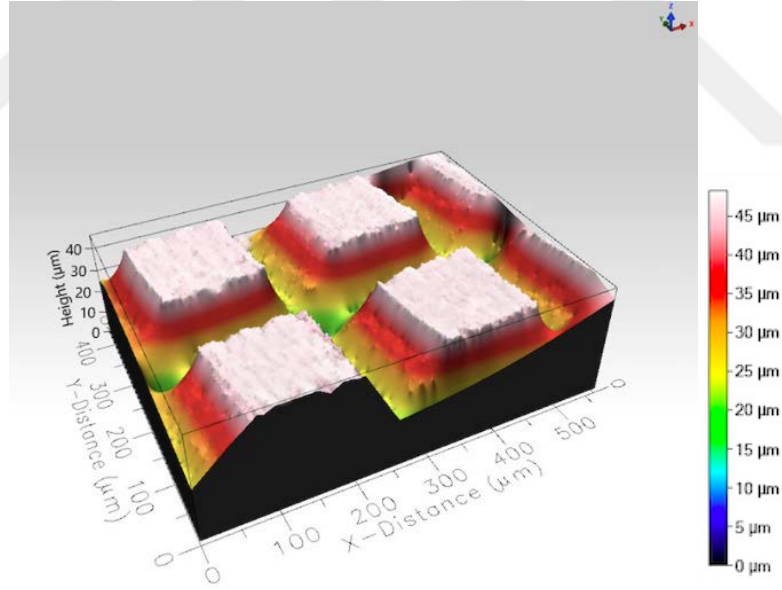
Şekil 4.14 Grup 5'e (SÖF+SST) ait optik profilometre görüntüsü



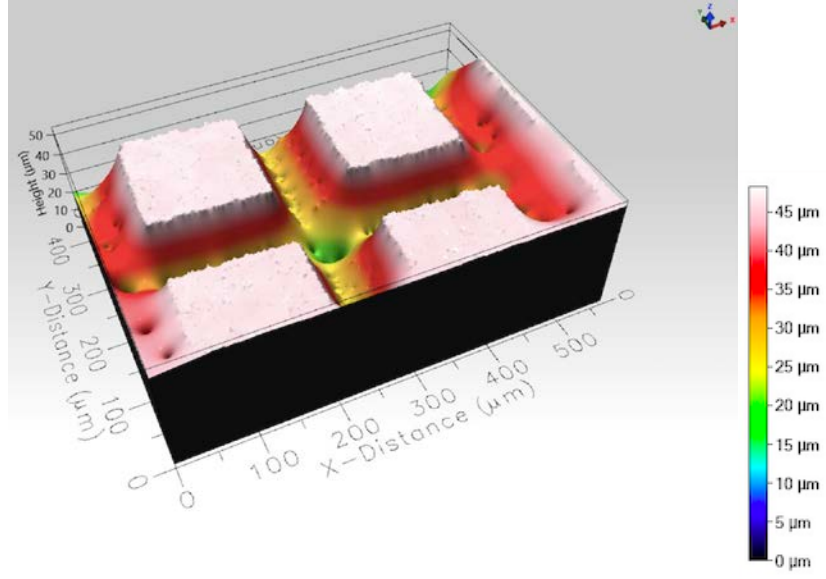
Şekil 4.15 Grup 6'ya (SST) ait optik profilometre görüntüsü



Şekil 4.16 Grup 7'ye (SSF) ait optik profilometre görüntüsü



Şekil 4.17 Grup 8'e (SSF+SST) ait optik profilometre görüntüsü



Şekil 4.18 Grup 9'a (SST+SSF) ait optik profilometre görüntüsü

Tablo 4.1. Çalışmada kullanılan örneklerin pürüzlülük değerleri

Pürüzlülük Değerleri	Ra (µm)
Grup 1 (kontrol)	0,91
Grup 2 (SÖT)	4,99
Grup 3 (SÖF)	34,69
Grup 4 (SÖT+SST)	13,72
Grup 5 (SÖF+SST)	33,58
Grup 6 (SST)	2,04
Grup 7 (SSF)	37,42
Grup 8 (SSF+SST)	35,64
Grup 9 (SST+SSF)	42,41

Optik profilometre ile elde edilen görüntülerde sinterden önce yüzey işlemi uygulanan grupların görüntüleri daha yumuşak kenarlı ve yuvarlak hatlı görünmekle birlikte sinterden sonra yüzey işlemi uygulanan grupların görüntüleri daha keskin ve köşeli görünmektedir. Sinterden sonra tribokimyasal silika kaplama yüzey işlemi uygulanan 6. Grup ile kontrol grubunun görüntüleri ve pürüzlülük değerleri birbirine çok yakın bulunmuştur. Sinterden önce tribokimyasal silika uygulanan Grup 2 ve Grup 4'ün pürüzlülük değerleri, Grup 6'ya göre daha yüksek bulunmuştur.

Sinterden önce femtosaniye lazer uygulanan Grup 3 ve sinterden sonra femtosaniye lazer uygulanan Grup 7 karşılaştırıldığında pürüzlülük değerleri birbirine çok yakın bulunmuştur fakat optik profilometre görüntülerinde Grup 3'ün daha yuvarlak kenarlı kare çıkıntılara sahip olduğu fakat Grup 7'nin daha keskin ve sivri kenarlara sahip olduğu görülmektedir.

Önce femtosaniye lazer sonra tribokimyasal silika kaplama uygulama yapılan Grup 8'de femtosaniye ile oluşturulan çıkıntı şeklindeki kare yüzeylerin sivri kenarlarının keskinliğinin azaldığı ve daha yumuşak bir geçişin olduğu görülmektedir

4.3. Yüzey İşlemlerinin Makaslama Bağlanma Dayanımına Etkisinin Değerlendirilmesi

İncoris TZI 2 mm zirkonya örnekler ve Panavia V5 dual cure adeziv rezin siman ile bağlanmasının ardından makaslama bağlanma dayanımı değerleri ölçülmüştür. Makaslama bağlanma dayanımı değerinin ölçülmesinde 1 mm/dk hızda uygulanmak üzere universal test cihazı kullanılmıştır. Makaslama bağlanma dayanımlarının istatistiksel analizi MPa cinsinden Tablo 4.2'de gösterilmiştir.

Tablo 4.2. Makaslama Bağlanma Dayanımı MPa cinsinden istatistiksel sonuçları.

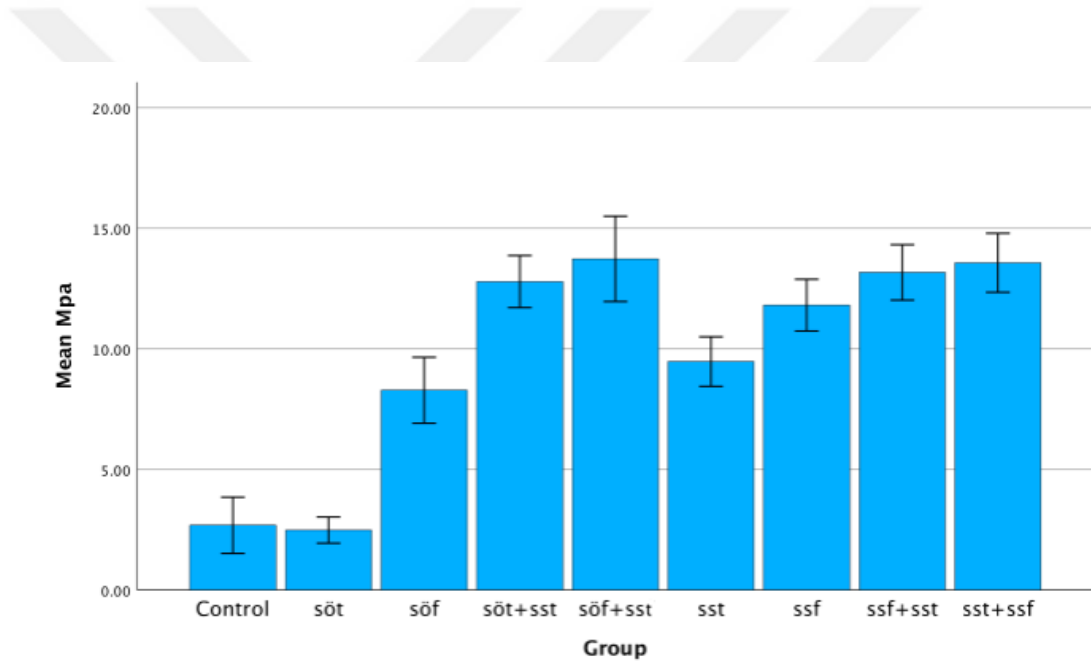
	Örnek Sayısı	Min	Max	Mean $\pm$ SD
Grup 1 (kontrol)	15	1,13	9,90	2,68 $\pm$ 2,10 ^A
Grup 2 (SÖT)	15	1,01	4,21	2,48 $\pm$ 0,98 ^A

Grup 3 (SÖF)	15	3,96	12,45	$8,28 \pm 2,46^B$
Grup 4 (SÖT+SST)	15	10,20	16,55	$12,79 \pm 1,94^D$
Grup 5 (SÖF+SST)	15	7,07	16,98	$13,72 \pm 3,18^D$
Grup 6 (SST)	15	6,08	12,31	$9,47 \pm 1,85^{BC}$
Grup 7 (SSF)	15	8,77	15,28	$11,81 \pm 1,93^{CD}$
Grup 8 (SSF+SST)	15	9,20	16,56	$13,16 \pm 2,07^D$
Grup 9 (SST+SSF)	15	9,10	16,41	$13,56 \pm 2,21^D$

Veriler IBM SPSS V23 ile analiz edilmiştir. Bağlanma dayanımı değerlerinin normal dağılıma uygunluğu Shapiro Wilk testi ve Kolmogorov Smirnov testi ile incelenmiştir. Blok ve yüzey işlemine göre bağlanma değerlerinin karşılaştırılmasında tek yönlü varyans analizi kullanılmıştır. Çoklu karşılaştırma sonuçları Tukey HSD testi ile incelenmiş, analiz sonuçları ortalama $\pm$ standart sapma olarak sunulmuştur. İstatistiksel olarak önem düzeyi $p < 0,05$ olarak alınmıştır (Grafik 4.1).

Yüzey işlemlerinin uygulandığı monolitik zirkonya seramik örnek gruplarında yapılan tek yönlü varyans analizi sonucunda kontrol grubu ve sinterden önce tribokimyasal silika kaplama yapılan Grup 2 arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmamıştır ($p > 0,001$). En yüksek ortalama makaslama bağlanma dayanımı değeri kombine yüzey işlemleri uygulanan gruplardan Grup 5'te (13,72 MPa) görülmektedir. Bunu sırasıyla Grup 9 (13,56 MPa) ve Grup 8 (13,16 MPa) takip etmektedir. Ancak aralarında istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmamaktadır. Ortalama makaslama bağlanma dayanımı değeri sinterden önce ve sonra tribokimyasal silika kaplama uygulanan Grup 4'te (12,79 MPa), sinterden sonra femtosaniye lazer uygulanan Grup 7'den (11,81 MPa) daha yüksek olmasına karşın aralarında istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmamıştır.

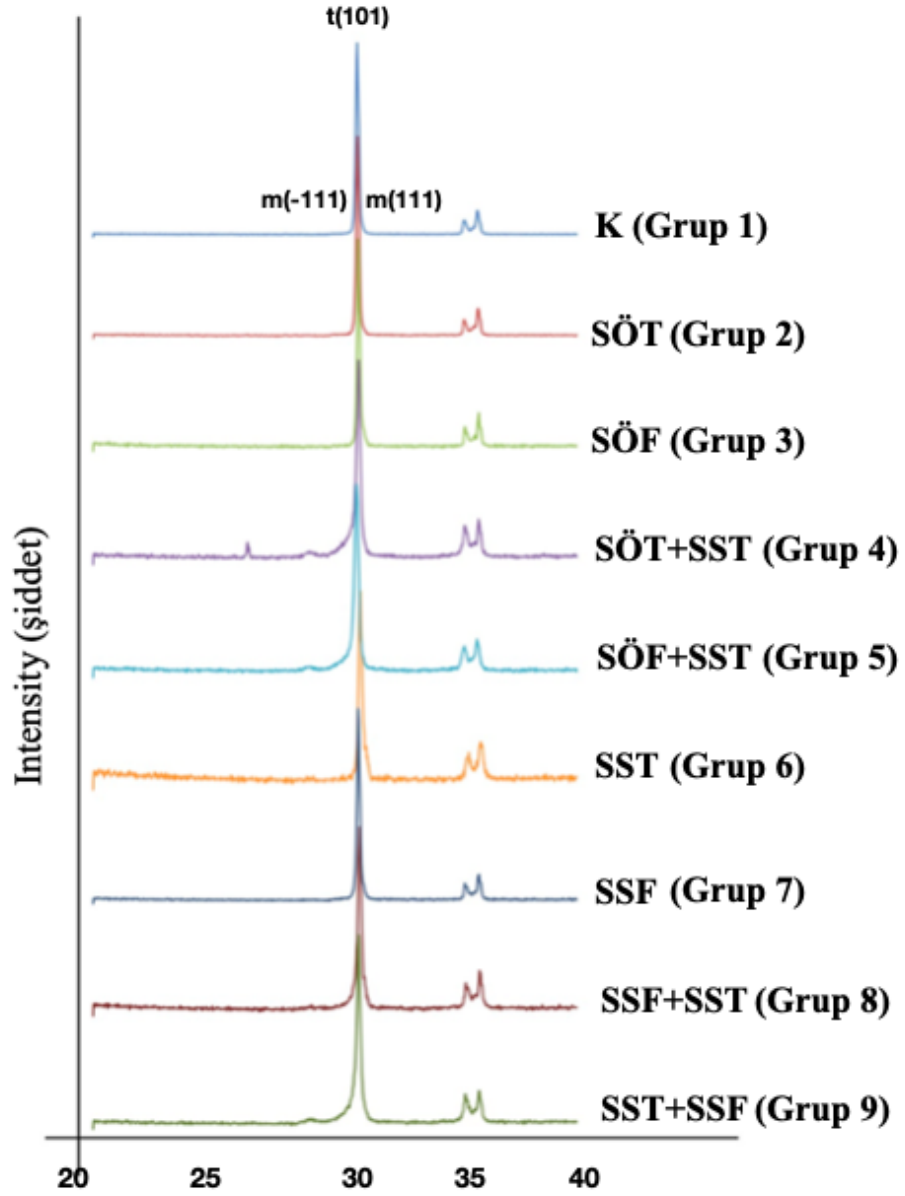
Sinterden sonra femtosaniye lazer uygulanan Grup 7'nin (SSF) (11,81 MPa) ortalama makaslama bağlanma dayanımı değeri sinterden sonra tribokimyasal silika uygulanan Grup 6'ya (SST) (9,47 MPa) göre daha yüksek bulunmakla birlikte istatistiksel olarak anlamlı bir fark yoktur. Sinterden sonra tribokimyasal silika kaplama uygulanan Grup 6 (9,47 MPa), sinterden önce femtosaniye lazer uygulanan Grup 3'e (8,28 MPa) göre ortalama makaslama bağlanma dayanımı değeri daha yüksek bulunmuştur fakat istatistiksel olarak anlamlı değildir ($p>0,001$).



Grafik 4.1. Monolitik zirkonya örneklerin yüzey işlemlerine göre ortalama bağlanma dayanımı değerleri.

4.4.Faz Dönüşümü Bulguları

X-ışını kırınımı (XRD) analizi sonucunda elde edilen grafiklerin tek diyagramda toplanmış halleri Şekil 4.19'da gösterilmiştir.

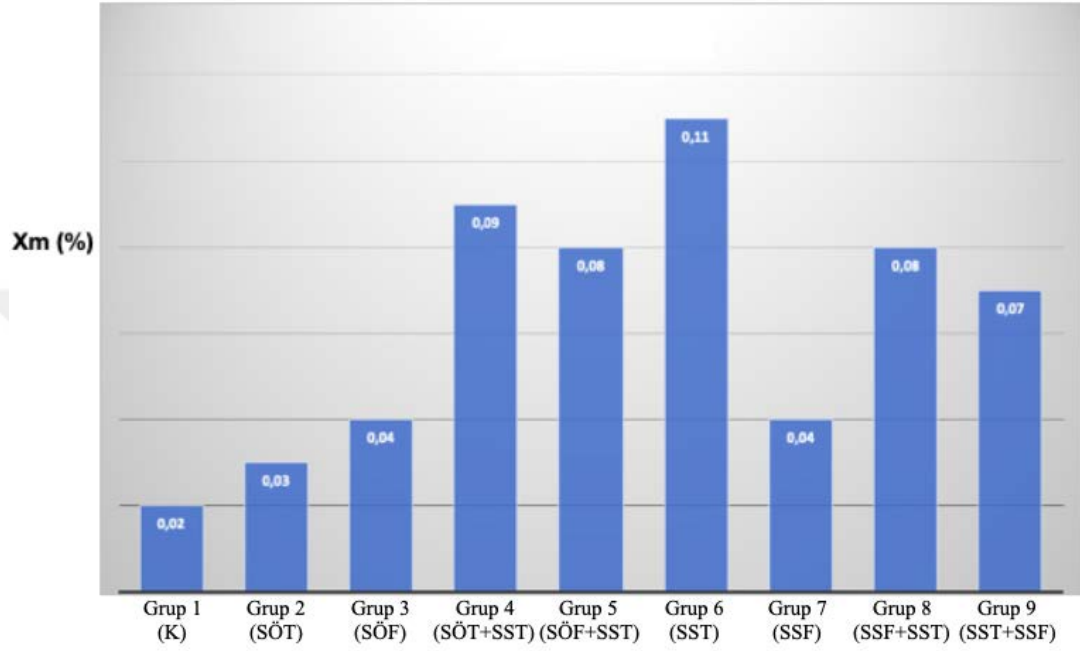


Şekil 4.19 Zirkonya örneklerin X-ray difraktometri grafiği

Grupların X-ışını difraktometri (XRD) paternleri; sinterlenmiş zirkonyaya uygulanan tribokimyasal silika kaplama yüzey işleminin monoklinik piklerinin yoğunluğunu artırdığını ve tetragonal piklerin yoğunluğunu azalttığını ortaya koymuştur. En yüksek tetragonal faz piki kontrol grubunda görülmektedir. Bunu sinterden önce yüzey işlemi uygulanan gruplar ve sinterden sonra femtosaniye lazer uygulanan grup izlemektedir.

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

XRD analizi sonrasında elde edilen piklere göre hesaplanan göreceli monoklinik faz oranı (X_m , %) verileri Grafik 4.2 'te gösterilmiştir.



Grafik 4.2 Grupların göreceli monoklinik faz oranları

Uygulanan yüzey işlemlerinin ve sinter aşamasının göreceli monoklinik faz oranı üzerindeki etkisinin incelendiği grafikte; sinterden önce yüzey işlemi uygulanan Grup 2 ve Grup 3'te faz dönüşümünün neredeyse olmadığı ve kontrol grubuna çok yakın değerler verdiği görülmüştür.

Sinterden sonra femtosaniye lazer uygulanan Grup 7'de de göreceli monoklinik faz oranının kontrol grubuna çok yakın değerler verdiği ve faz dönüşümünün minimum oranda olduğu bulunmuştur.

Sinterden sonra tribokimyasal silika kaplama yüzey işlemi uygulanan Grup 6 ve sinterden önce ve sonra tribokimyasal kaplama uygulanan Grup 4, en yüksek göreceli monoklinik faz oranı görülen gruplardır ve dolayısıyla faz dönüşümünün daha fazla olduğu gruplar 4 ve 6. Gruplar olarak bulunmuştur.

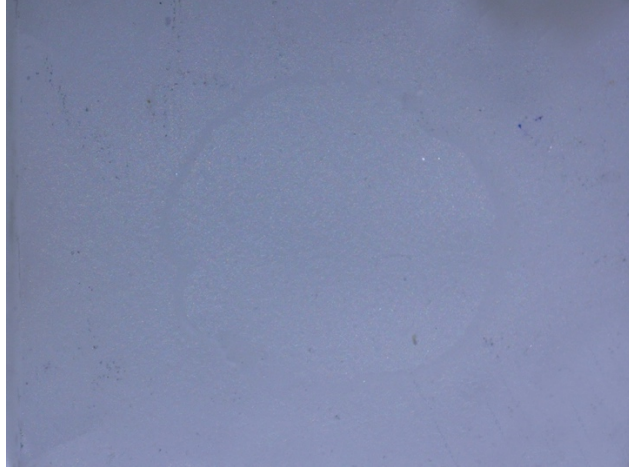
4.5. Stereomikroskop İncelemesi

Makaslama bağlanma dayanımı testi sonucunda oluşan kopma tipleri Akdeniz Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Endodonti A.B.D.'de bulunan stereomikroskop cihazı kullanılarak incelenmiştir. Görülen başarısızlık tipleri Tablo 3.4 'de görülmektedir.

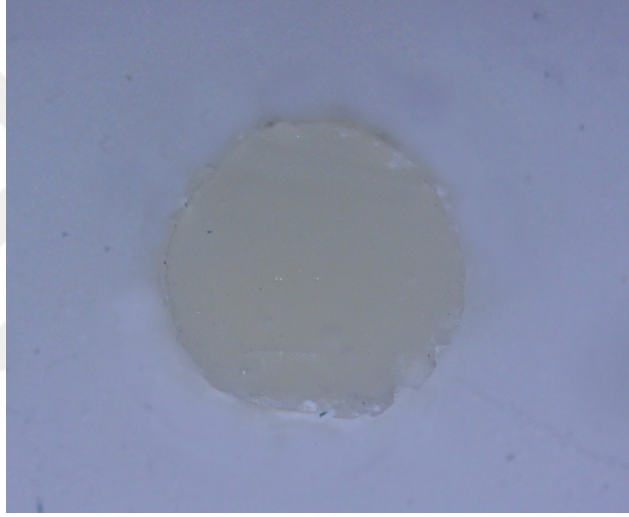
İncelenen 135 örneğin; 68'inde adeziv kopma (%50,3) (şekil 4.19), 4' ünde koheziv (%2,9) (Şekil 4.20) ve 63 inde karışık (%46,6) (Şekil 4.21) kopma görüldü. Buna göre en fazla görülen başarısızlık tipi adeziv iken, en az görülen başarısızlık tipi koheziv lmuştur. Tablo 4.3' te çalışmada yer alan gruplar ve kopma tipleri sayısal olarak görülmektedir.

Tablo 4.3. Çalışmada yer alan gruplar ve başarısızlık tipi sayısı

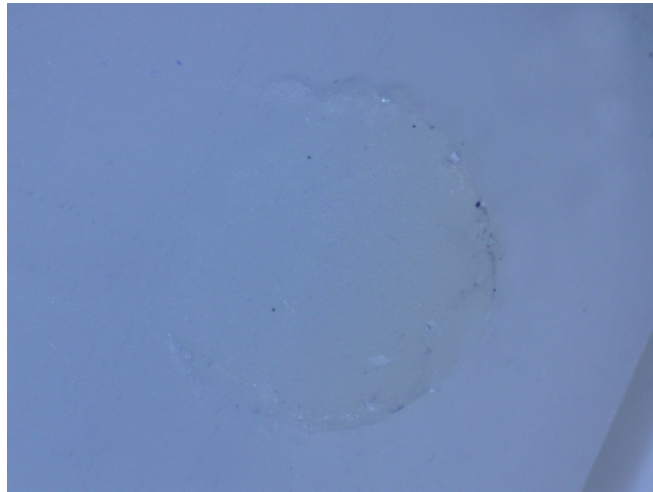
BAŞARISIZLIK TİPLERİNİN SINIFLANDIRILMASI			
	ADEZİV	KOHEZİV	KARIŞIK
Grup 1 (kontrol)	14		1
Grup 2 (SÖT)	13		2
Grup 3 (SÖF)	11		4
Grup 4 (SÖT+SST)	4	1	10
Grup 5 (SÖF+SST)	11		4
Grup 6 (SST)	3	1	11
Grup 7 (SSF)	4		11
Grup 8 (SSF+SST)	4	1	10
Grup 9 (SST+SÖF)	4	1	10



Şekil 4.19. Adeziv kopma



Şekil 4.20. Koheziv kopma



Şekil 4.21. Karışık kopma

5. TARTIŞMA

Bu çalışmada translüsent monolitik zirkonya örneklerin yüzeylerine iki farklı yüzey işlemi (femtosaniye lazer, tribokimyasal silika kaplama) farklı sinterleme aşamalarında uygulanmıştır. Uygulanan prosedürlerin yüzey pürüzlülüğü, faz dönüşümü ve makaslama bağlanma dayanımı üzerindeki etkisi incelenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre femtosaniye lazer ile yüzey işlemi uygulanmış grupların pürüzlülüğünün daha fazla bulunması nedeniyle, farklı sinterleme aşamalarında uygulanan farklı yüzey işleme protokollerinden sonra yüzey pürüzlülüğünde önemli bir fark olmayacağı yönündeki birinci sıfır hipotezi reddedilmiştir.

Elde edilen verilere göre, makaslama bağlanma dayanımları karşılaştırıldığında kombine şekilde uygulanan yüzey prosedürlerinin istatistiksel olarak anlamlı bir üstünlüğü bulunması nedeniyle, farklı sinterleme aşamalarında uygulanan farklı yüzey işleme protokollerinin makaslama bağlanma dayanımları üzerinde bir fark yaratmayacağı yönündeki ikinci sıfır hipotezi reddedilmiştir.

Çalışmada elde edilen XRD verilerine göre, sinterden önce uygulanan yüzey prosedürlerinin ve sinterden sonra uygulanan femtosaniye lazer işleminin neredeyse faz dönüşümü yaratmadığı fakat sinterden sonra tribokimyasal silika kaplama işlemi uygulanan gruplarda daha fazla faz dönüşümü olduğu bulunmuştur. Bu nedenle monolitik zirkonyaya farklı sinterleme aşamalarında farklı yüzey protokollerinin zirkonya örneklerde faz dönüşümünde herhangi bir farklılık yaratmayacağı yönündeki üçüncü sıfır hipotezi reddedilmiştir.

Üstün estetik görünümleri ve metal içermeyen yapıları nedeniyle tam seramik restorasyonların popülaritesi son yıllarda artmıştır [205]. Tam seramik restorasyonlar, tek kuron veya kısa sabit bölümlü protez için okluzal kuvvete karşı yeterli direnç gösterse de, kullanımları posterior bölgede ve uzun sabit restorasyonlarda sınırlı kalmaktadır. Yüksek mukavemetli bir seramik olan zirkonyum, son zamanlarda konvansiyonel ve rezin bağlı sabit restorasyonlar için bir kor materyali olarak kullanıma sunulmuştur [80, 206]. Veneer seramikte meydana gelen çipping, zirkonya destekli restorasyonlarda klinik başarısızlıklar arasında en çok karşılaşılan

durumlardandır [207]. Üst yapıda meydana gelen çipping ve kırılmaların önüne geçmek için tabakalı porselene ihtiyaç duymadan monolitik Y-TZP seramiklerin geliştirilmesi için girişimlerde bulunulmuştur. Monolitik zirkonya seramikler, eşit kalınlıktaki zirkonya destekli restorasyonların altyapısında daha düşük bükülme direncine sahip olsa da; artan zirkonya kalınlıkları ve üzerine gelecek veneer seramiklerinin olmaması nedeniyle zirkonya altyapılı kronlardan daha yüksek kırılma direncine sahiptir [208, 209].

Monolitik zirkonyaların klinik avantajı molar bölgede daha az kalınlıklarda bile okluzal kuvvetlere karşı koyabilmesidir [210]. Bu sayede preparasyon miktarı azaltılarak dental yapıların korunması ve aynı zamanda retansiyon ve rezistansın artırılması sağlanmaktadır. Diğer bir avantaj ise, bilgisayar destekli tasarım ve üretim (CAD/CAM) teknolojilerini kullanarak hızlı ve basit bir şekilde üretilebilmeleridir [211].

Standart zirkonya altyapıların opak görünümünden kaynaklanan olumsuzlukları gidermek amacıyla günümüzde translüsent zirkonyanın gelişimi, veneer porseleni olmadan monolitik zirkonya restorasyonların üretilmesini sağlamaya imkan vermiştir [104, 212]. Çalışmamızda dayanıklılık ve estetik özellikleri nedeniyle son yıllarda kullanımı artan translusent monolitik zirkonya materyali olan inCoris TZI (Dentsply Sirona, USA) kullanılmıştır.

Makaslama bağlanma dayanımı testlerinde kullanılan zirkonya örnekler yapılan benzer çalışmalardan destek alınarak sinterden sonra hacimsel küçülmesi de göz önüne alınarak son hali 2 mm kalınlıkta olacak şekilde elde edilmiştir [213, 214]. Bağlanma dayanımı testlerinde örneklerin yüzeylerinin standardizasyonu gerekmektedir. Bu standardizasyon için daha önce yapılan çalışmalardan destek alınarak 600, 800, 1000 gritlik silikon karbit zımparalarla yüzeye işlem yapılmıştır [215, 216].

Zirkonya restorasyonların simantasyon öncesinde tutuculuğu artırmak amacıyla yapılması gereken yüzey işlemleri konusunda fikir birliğine varılamamıştır. Adezyonu iyileştirmek için yüzeyi pürüzlendirmek ve/veya aktive etmek amacıyla çeşitli teknikler araştırılmıştır. Önceki raporlar, mekanik pürüzlendirme prosedürlerinin zirkonya bazlı seramiklerin bağlanma dayanımını artırabileceğini göstermektedir [217-220]. Uzun vadeli başarı elde etmek için, seramik yüzeylerin işlenmesi

gerekmektedir [221]. Son on yılda, rezin siman ve seramik yüzeyler arasındaki bağ kuvvetini arttırmak için kumlama, tribokimyasal silika kaplama, hidroflorik asit ve Nd:YAG lazer tedavisi gibi farklı teknikler kullanılarak çeşitli çalışmalar yapılmıştır [222, 223]. Alümina/zirkonya seramikleri ve rezin siman arasındaki bağı geliştirmek amacıyla kumlamaya bir alternatif olarak tribokimyasal silika kaplama geliştirilmiştir [224]. Bu teknikte, yüzeyler silika ile modifiye edilmiş alüminyum trioksit parçacıkları ile kumlanmaktadır. Püskürtme basıncı, silika kaplı alümina parçacıklarının seramik yüzey üzerine gömülmesiyle sonuçlanır ve silika ile modifiye edilmiş yüzeyi, silan birleştirme ajanları aracılığıyla rezin simana kimyasal olarak reaktif hale getirir [225].

Amaral ve ark. [226] hem laboratuvar hem de hasta başı tibokimyasal silika kaplama ve silanizasyonun, In-Ceram zirkonya ve Panavia F rezin simanı arasında dayanıklı mikro gerilim bağ gücü gösterdiğini bildirmiştir. Benzer sonuçların gözlendiği, Mahmoodi ve ark.'nın [227] kumlama, tribokimyasal silika kaplama ve Nd:YAG lazer uyguladıkları çalışmada, bağlanma dayanımı testi sonucuna göre zirkonya yüzeylerin silika kaplanması ve silan uygulanması, kullanılan rezin simanın çeşidinden bağımsız olarak bağlanma kuvvetini önemli ölçüde iyileştirdiği bulunmuştur. Bu nedenle kendi araştırmamızda tribokimyasal silika kaplama uygulanan yüzey işlemi için Cojet Sand (3M ESPE AG, Seefeld, Almanya) kullanılmıştır. Amaral ve ark.'ın [226] yapmış olduğu çalışma baz alınarak 2,8 bar basınç ile 10 mm mesafeden 15 sn süreyle silika kaplama işlemi uygulanmıştır.

Daha önce yapılmış olan çalışmalarda sinterden önce ve/veya sonra zirkonya örneklerle yüzey işlemleri uygulanmıştır [228, 229]. Farklı sinterleme aşamalarında ön işlemlerin uygulanması, hem yüzey pürüzlülüğünü hem de bağ kuvvetini artırabilen belirgin şekilde farklı yüzey dokuları oluşturabilir. Yapılan bazı çalışmalarda sinterden önce uygulanan yüzey işlemlerinin; pürüzlülüğü ve bağlanma dayanımını artırdığı bulunmuştur [216, 230-232].

Yapılan çalışmaların ışığında, çalışmamızda yüzey işlemlerini hem farklı sinterleme aşamalarında hem de kombine olarak uygulanıp bağlanma ve pürüzlülük üzerindeki etkisi araştırılmıştır.

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) katı cisimlerin yüzey pürüzlendirme işlemlerinden sonra, yapıların mikro düzeydeki yüzey karakterizasyonunun

incelenmesi için kullanılmaktadır [233]. Profilometre cihazı; yüzey pürüzlülüğünü direkt temas eden elmas bir uç kullanılarak veya dolaylı olarak lazer profilometresi kullanarak ölçmektedir. Elmas uç ile ölçümün yapıldığı kontakt profilometre daha eski bir yöntemdir ve yüzey topografyasının ölçülmesine yönelik mevcut ulusal standartlar bu yöntem ile tanımlanmıştır. Optik profilometre, lazer profilometresi olarak da isimlendirilir ve incelenen yüzeyin nitel ve nicel ölçümleri tahribatsız ve başarılı bir şekilde yapılabilmektedir. Optik (3D) profilometre, yüzeye direkt temas etmediği için kontakt profilometrenin birçok dezavantajını ortadan kaldırmaktadır [234].

Yaptığımız çalışmada örneklerin topografisini değerlendirmek için SEM analizi ve yüzey pürüzlülüğünü değerlendirip görüntülemek için ise optik (3D) profilometre kullanılmıştır.

Moon ve ark. [229] yapmış oldukları çalışmada sinterden önce 70 µm ve sinterden sonra 50 µm partikül boyutunda yapılan alüminyum oksit ile kumlamanın ardından yüzey pürüzlülüğü ve bağlanma dayanım değerleri incelenmiş olup yüzey pürüzlülüğü ve makaslama bağlanma dayanımı değerleri açısından anlamlı bir fark bulunmamıştır. Fakat SEM görüntüsünde sinterden önce kumlama yapılan grubun küt ve yuvarlak kenarlara sahip olduğu, bununla birlikte sinterden sonra kumlama yapılan grubun daha keskin ve iğnemsî şekiller gösteren bir yüzey sergilediği bildirilmiştir. Bu çalışmanın sınırlamaları dahilinde, presinterize zirkonyanın sinterlemeden önce kumlanması yuvarlak çöküntüler ve çıkıntılar ile seyreden bir yüzey pürüzlülüğü yaratması açısından avantajlıdır. Öte yandan, zirkonyanın sinterden sonra kumlanması, zirkonya ve rezin siman arasında çatlak ilerlemesinin başlamasına veya kırılma potansiyellerinin artmasına neden olabilecek iğne benzeri kenarlara sahip keskin sivri çentikler ve çıkıntılar üretebileceği ve kumlanması sırasında zirkonya restorasyon marjininin bozulması ve alüminyum oksit parçacıklarının zirkonya seramiğine gömülmesi olasılıklarının olduğu belirtilmiştir.

Ebeid ve ark. [230] yapmış oldukları çalışmada sinterden önceki ve sonraki aşamada 50 µm partikül büyüklüğünde Al_2O_3 ile kumlama ve 30 µm partikül büyüklüğünde silika kaplama yüzey işlemi uygulanan gruplar karşılaştırılmıştır. Sinterden önceki gruba 0,5 bar basınçla, sinterden sonraki gruba ise 2,8 bar basınçla yüzey işleme protokolleri uygulanmıştır. Sinterden önce yüzey işlemi uygulanan grupların yüzey işleminin azaltılmış basınç ile uygulanmasına rağmen, sinterden sonra yüzey işlemi

uygulanan gruplarla karşılaştırıldığında daha yüksek Ra değeri gösterdiği belirtilmiştir. Araştırmacılar bu durumun, presinterize ve tam sinterlenmiş zirkonya arasındaki yoğunluk farkına bağlı olduğunu belirtmişlerdir.

Çalışmamızda sinterden önce ve sonra tribokimyasal silika kaplama yüzey işlemi uyguladık.

Çalışmamızla uyumlu sonuçları olan başka bir çalışmada Monaco ve ark. [216], farklı büyüklükteki (110 μm ve 50 μm) Al_2O_3 kumlama ve tribokimyasal silika (30 μm) kaplama yüzey işlemi uygulanan gruplarını sinterden önce ve sonra olmak üzere karşılaştırmışlardır. Yüzey işlemi uygulanan tüm grupların pürüzlülükleri, kontrol grubundan daha yüksek bulunmuştur. Sinterden önce yüzey işlemi uygulanan grupların pürüzlülük değerleri, sinterden sonra uygulanan gruplarınkinden daha yüksek olduğu bulunmuştur.

Yılmaz ve ark. [231] yapmış oldukları çalışmada sinterden önce (SÖ) ve/veya sonra (SS) 50 μm patikül büyüklüğünde Al_2O_3 ile kumlama yapılan yüzey işlemlerinden sonra örnekler pürüzlülük, SEM ve AFM görüntüleri açısından karşılaştırılmıştır. Temel olarak sinterden önce kumlama yapılan grupta ölçülen Ra değerinin yüksek olduğu bulunmuştur. Artan pürüzlülüğün nedeni sinterlenmemiş zirkonyanın yumuşak yapısından kaynaklandığı düşünülmüştür. SEM ve AFM görüntüleri, pürüzlülük sonuçlarıyla uyumlu olup sinterden önce yüzey işlemi uygulanan grupların yüzeylerinde derin düzensizlikler, çukurlar ve oluklar baskınken, kontrol gruplarının en düzgün yüzeyleri sergilediği görülmüştür. Sinterden sonra yüzey işlemi uygulanan gruplar, SÖ gruplarına göre daha sık çöküntülerin ve çıkıntıların görüldüğü homojen pürüzlü yüzeyler göstermiştir. Ayrıca yüzey düzensizliklerinin hem sinterden önce hem de sinterden sonra kumlama yapılan grupta, SS grubuna göre daha belirgin olduğu gözlemlenmiştir.

Çalışmamızda, sinterden önce tribokimyasal silika kaplama yapılan gruplar kontrol ve sinterden sonra tribokimyasal silika kaplama yapılan gruplara göre Ra değerlerinin daha yüksek olduğu bulunmuştur. Ve SEM görüntülerinde ise bu durum desteklenmektedir. Sinterden önce tribokimyasal silika kaplama yapılan grupta daha yuvarlak hatlı bir yüzey şekli görülürken, sinterden sonra tribokimyasal silika uygulanan grupta daha keskin ve iğnemsî kenarlara sahip bir yüzey görülmektedir.

Daha yakın zamanlarda, ultra kısa lazer darbeleri sağlayan bir femtosaniye (Fs) lazerin kullanımı, diş hekimliğinde yeni bir yöntem olarak giderek daha popüler hale gelmektedir [235, 236]. Bu teknik, zirkonyanın minimum termal ve mekanik hasarla ve daha yüksek hassasiyetle mikro işlemesi için kullanılabilirliği araştırılmaktadır [237]. Femtosaniye lazer ışınlamasının dental zirkonya seramikleri üzerindeki etkisini belirlemek için çok sayıda çalışma yapılmıştır [232, 238-241]. García-Sanz ve ark.[238] kumlama ve farklı enerjilere sahip femtosaniye lazer ile yüzey işlemi yapılan grupları, Li ve ark. [242] alüminyum oksit ile kumlama ve femtosaniye lazer ile işlem yapılmış grupları yüzey pürüzlülüğü açısından karşılaştırmışlardır. Femtosaniye ile yüzey işlemi yapılan örneklerin daha fazla pürüzlülük değeri gösterdiği bildirilmiştir. Farklı lazer çeşitlerini karşılaştıran başka bir çalışmada [235] zirkonya seramik örneklerine femtosaniye (FS), Nd:YAG (NY) ve Er:YAG (EY) yüzey işlemleri uygulanmış ve FS lazer tedavi grubunun her iki seramikte de en yüksek pürüzlülük değeri gösterdiği bildirilmiştir. Bu çalışmada, FS lazer grubunun SEM görüntülerinde de diğer grupların aksine, seramik yüzeydeki pürüzlülük daha homojen ve daha düzenli bir şekilde dağıldığını belirtmişlerdir. Seramiklere uygulanan yüzey işlemlerinde kullanılan konvansiyonel yöntemler yüzeyin ısınması ve çatlak ilerlemesi gibi olumsuz sonuçlar verildiğini; bununla birlikte, FS lazer darbesinin yüzeyde, herhangi bir ısıtma etkisi oluşturmada preparasyonun daha nazik, hassas ve net bir şekilde gerçekleştirilmesinde umut verici bir yaklaşım olduğunu bildirmişlerdir.

Çalışmamızda, femtosaniye lazer kullanılmış olup monolitik zirkonya seramiklere yapılan yüzey işlemlerinde hala fikir birliğinin olmaması sebebiyle çalışmamızda, tribokimyasal silika kaplama ve femtosaniye lazer uygulanmıştır. Uygulanan yüzey protokollerinin farklı sinterleme aşamalarında kombine olarak uygulanması sonucunda bağlanma ve pürüzlülük değerlerinin birbirleri içerisinde karşılaştırılması amaçlanmıştır. İnokoshi ve ark. [243] çalışmasından destek alınarak zirkonya yüzeye 20 kere atış yapılmıştır.

Yeğin ve ark.'nın [244] yapmış olduğu bir çalışmada, sinterizasyon işleminden sonra alüminyum oksitle kumlama, tribokimyasal silika kaplama, femtosaniye lazer (FS) ve femtosaniye lazerle kumlamanın kombine uygulanan zirkonya numuneleri bağlanma dayanımı ve yüzey pürüzlülüğü açısından karşılaştırmış olup Al_2O_3 ile kumlama ve tribokimyasal silika kaplama yapılan grupların, femtosaniye lazer yapılmış gruba göre

daha az pürüzlülük gösterdikleri optik profilometre ve SEM görüntüleriyle desteklenmiştir. Buna ek olarak, yalnızca FS lazerle işlem görmüş yüzeylerle karşılaştırıldığında, FS lazer işleminden önce veya sonra yapılan kumlama ile yalnızca minimum yüzey değişiklikleri gözlemlendiği belirtilmiştir.

Bizim çalışmamızda da femtosaniye lazer ile yüzey işlemi yapılan gruplar tribokimyasal silika kaplama uygulanan gruplara göre pürüzlülük değerleri yüksek bulunmuştur. Tribokimyasal silika kaplama ve femtosaniye lazer ile kombine olarak yüzey işlemi uygulanmış grupların ise sadece lazer yapılan gruplar ile arasında minimum fark olduğu görülmektedir.

Li ve ark.'ın [245] yapmış oldukları çalışmada zirkonya örneklerle; kontrol grubu (C), kumlama grubu ($110\ \mu\text{m}\ \text{Al}_2\text{O}_3$) ve femtosaniye lazerle mikro oluklar yapılan MG-A ve MG-B grubu olmak üzere 4 yüzey işlemi uygulanmıştır. MG-A grubu; $50\ \mu\text{m}$ genişlik, $30\ \mu\text{m}$ derinlik ve $100\ \mu\text{m}$ aralığa sahip mikro oluklara sahipken, MG-B grubu; $30\ \mu\text{m}$ genişlik, $20\ \mu\text{m}$ derinlik ve $60\ \mu\text{m}$ aralığa sahip mikro oluklara sahiptir. Yüzey pürüzlülüğü ve SEM analizine göre kontrol grubunda, belirgin bir grenli yapıya sahip nispeten düz bir yüzey, kumlama grubunda, yüzeyleri keskin kenarlı ve düzensiz şekilli pürüzlü bir yüzey, MG-A ve MG-B gruplarında ise, belirgin kusurlar olmadan düzenli olarak hizalanmış mikro oluklar göstermiştir. Optik profilometre ile yapılmış yüzey pürüzlülüğü analizinde ise MG-A grubu en yüksek pürüzlülük değeri ($R_a: 9.33 (0.47)$) gösteren gruptur, bunu sırasıyla MG-B ($5.79 (0.83)$), kumlama ($1.03 (0.12)$) ve kontrol ($0.63 (0.09)$) grubu takip etmiştir.

Delgado-Ruiz ve ark'nın [246] yapmış olduğu çalışmada femtosaniye lazerle mikro oluk ($30\ \mu\text{m}$ genişlikte ve $70\ \mu\text{m}$ aralıklı) ve gözenek ($30\ \mu\text{m}$ çapında, $70\ \mu\text{m}$ aralıklı) şekli verilerek pürüzlendirme yapılmış olan zirkonya örnekler üzerinde optik profilometre ile yapılan analize göre mikro oluk şekli oluşturulan örneklerin pürüzlülüğü ($R_a: 9.50 \pm 0.25$) gözenek şekilli örneklerle ($R_a: 2.43 \pm 0.6$) göre oldukça yüksek çıkmıştır.

Okutan ve ark.[232] yapmış oldukları çalışmada zirkonya numunelere farklı yüzey uygulama protokolleri ($50\ \mu\text{m}\ \text{Al}_2\text{O}_3$ ile kumlama ve femtosaniye lazer) farklı sinterleme aşamalarında ve kombine bir şekilde uygulanmış olup yüzey pürüzlülüğü ve SEM görüntüleri açısından incelenmiştir. R_a değerleri olarak kıyaslandığında

femtosaniye lazer ile yüzey işlemleri uygulanan gruplar sadece kumlama yapılan gruplara oranla yüksek pürüzlülük oranı sergilemiştir. Femtosaniye lazer yapılmış gruplar kendi içlerinde karşılaştırıldığında sinterden önce femtosaniye lazer uygulanmış grupların pürüzlülüğü (14.95 ± 0.75 , 15.08 ± 0.62) sinterden sonra uygulanan gruplara (4.94 ± 0.57 , 5.69 ± 0.38) göre istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksek bulunmuştur. Bu durumun, sinterizasyon yapılmamış ve daha yumuşak olan zirkonyaya yapılan yüzey işleminin daha derin girintilere neden olacağı ile ilgili olduğu belirtilmiştir. Yapmış olduğumuz çalışmamızda sinterden önce (SÖF: 34,69; SÖF+SST: 33,58) ve sonra (SSF:37,42; SSF+SST:35,64; SST+SSF:42,01) femtosaniye lazer uygulanan gruplar arasında pürüzlülük değerleri benzer bulunmuştur. Çalışmamızda femtosaniye lazer uygulanan yüzeylerin pürüzlülük değerlerinin yapılmış önceki çalışmalardan daha yüksek olmasının sebebi; FS ile oluşturulan şekildeki farklılık, aynı noktaya atılan lazer ışınının tekrar sayısının daha fazla olması ve pürüzlülük ölçüm yönteminin aynı olmamasından kaynaklanmaktadır.

SEM görüntüleri olarak karşılaştırıldığında sinterden önce femtosaniye lazer yapılmış olan örneklerde daha yuvarlak ve yumuşak geçişli kenarlar, sinterden sonra yapılan femtosaniye lazer grubunda ise daha keskin sınırlı hatlar görünmektedir. Ancak kombine olarak yapılan yüzey işlemlerinde görüntüler incelendiği zaman sinterden önce ve sonra farketmeksizin lazerden sonra oluşturulan yüzey şeklinden sonra silika kaplanan gruplarda, lazerle oluşturulan şeklin üzerine silika partikülleri nüfuz ettiği için şeklin keskinliğini azaltarak içindeki geçişleri ve keskin olan kenarları yumuşatmıştır. Önce silika kaplanıp sonra femtosaniye lazer yapılan 9. grupta (SST+SSF) lazer ışınının geldiği yerlerde keskin hat korunup ışının gelmediği yerlerde silika partiküllerinin yapmış olduğu pürüzlü yüzey gözlemlenmektedir. Bu sonuç Okutan ve ark.'nın [232] çalışmalarıyla uyumludur.

Yapılan yüzey işlemlerinden sonra çoğunlukla zirkonya örneklerin yüzeylerinde artıklar kalmaktadır. Bu nedenle, yapılan çalışmalarda zirkonyaların yüzey işlemleri sonrasında ve simantasyondan önce ultrasonik olarak temizlenmelerinin gerektiği belirtilmiştir [247, 248] Çalışmamızda ise benzer çalışmalarla uyumlu şekilde örnekler kumlama sonrası distile su ile 15 dk süreyle ultrasonik olarak temizlenmiştir.

Zirkonya restorasyonlarda bir diğer önemli olan husus adezyondur. Zirkonyanın kırılma dayanımının yüksek olması sebebiyle bazı çalışmalar geleneksel simanlarla

zirkonya restorasyonların simante edilebileceğini önerse de [249], restorasyonların tutuculuğunu, marjinal adaptasyonunu ve kırılma direncini iyileştirmek için adeziv tekniklerin kullanımı önerilmektedir [250].

Zirkonya ile adeziv rezin siman arasında uygun bağı elde etmek zordur. Çünkü zirkonyanın içinde cam fazı olmadığı için asitlenememektedir [251].

Bağlanmayı artırmak için zirkonya seramiğe bazı yüzey prosedürleri yapmanın yanı sıra fosfat ester monomer 10-metakriloksesil dihidrojenfosfat (MDP) içeren simanların kullanımı önerilen diğer yöntemler arasındadır [252].

MDP'nin hidroksil grupları ile zirkonyanın katyonik yüzeyi arasındaki bağ sayesinde zirkonya seramiklerde bağlanma dayanımı artmaktadır [253]. Zirkonya restorasyonların simantasyonunda MDP monomerini kullanmak için çeşitli yöntemler mevcuttur. İlk yöntem, MDP içeren bir adeziv kullanmaktır [254]. Çeşitli firmalar tarafından MDP içerikli universal veya self etch adezivler kullanıma sunulmuştur. İkinci yöntem ise MDP içeren bir zirkonya primeri kullanmaktır [255]. Üçüncü yöntem ise MDP içeren rezin simanların olduğu bir yöntemdir [148].

Zirkonya opak bir yapıda olduğu için ışık geçirgenliği azdır ve zirkonya restorasyonların simantasyonunda diğer siman tiplerine kıyasla hem ışıkla hem kimyasal olarak polimerize olan dual cure rezin simanların kullanılması avantaj oluşturmaktadır [256]. Son yıllarda asitle etching ve adeziv uygulaması gerektirmeyen self adeziv rezin simanlar manüplasyonlarının kolaylığı nedeniyle klinik olarak tercih edilmektedir [257]. Piyasada çok çeşit self adeziv rezin siman bulunmakta ve bunlardan bazıları MDP içerirken bazıları da içermemektedir.

Özcan ve ark. [148] yapmış olduğu bir sistematik review ve meta-analizde MDP bazlı simanların ısı döngüsünden sonra bile zirkonyaya daha iyi adezyon sağladığı belirtilmiştir.

Garcia ve ark. [258] farklı simantasyon sistemlerinin, translüsent zirkonyaya olan adezyona etkisinin incelendiği çalışmada; 10-MDP bazlı simantasyon sistemlerinin, 24 saat ve 1 yıllık yaşlanmadan sonra 10-MDP içermeyen sistemlerden daha yüksek bağlanma dayanımı verdiği belirtilmiştir.

Tzanakakis ve ark.'ın [150] yaptığı bir sistematik derlemede zirkonya ile MDP içeren rezin simanlar ya da MDP içerikli primerlerin kullanımında en başarılı bağlantı kuvvetinin bulunduğu belirtilmiştir.

Yapılan araştırmada Panavia V5 ve Panavia F2.0'ın dentine bağlanma başarısı mikrogerilme testi ile karşılaştırılmıştır. Panavia V5, hem dual hem de self-cure modlarında Panavia F2.0'dan daha yüksek dentin bağlanması göstermiştir [259].

Yaptığımız çalışmada MDP içerikli primere sahip (Clearfil Ceramic Primer Plus (Kuraray Medical Inc, Okuyama, Japonya)) , dual cure self adeziv rezin siman olan Panavia V5 (Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japonya) kullanılmıştır. Ek olarak, çalışmada tek tip siman kullanılması bu çalışmanın limitasyonlarından birini oluşturmaktadır.

Nagaoka ve ark.'nın [260] yapmış olduğu bir çalışmaya göre tribokimyasal silika kaplanmış zirkonya örnekleri 10-MDP monomer içerikli Clearfil Ceramic Primer ve ESPE Sil silan kullanarak bağlanma dayanımı değerlerini karşılaştırmışlardır. Clearfil Ceramic Primer'in önemli ölçüde yüksek bağlanma değeri gösterdiği bulunmuştur. Bunun sebebi olarak fonksiyonel monomer olan 10-MDP'nin zirkonya ile kimyasal olarak etkileşime girmesi gösterilmiştir.

Çalışmamızda standardizasyonu sağlamak amacıyla, daha önce yapılan çalışmalardan [232, 261] destek alınarak simantasyonun ardından bağlanma dayanımı testinden önce örnekler distile suda 37 °C'de 24 saat boyunca etüv cihazında bekletilmiştir.

Makaslama bağlanma dayanımı testleri, zararlı stres dağılımı oluşturmadan numuneyi test makinesinde hizalamanın zor olduğu çekme bağ dayanımı testleriyle karşılaştırıldığında daha basit olmaları nedeniyle yaygın olarak kullanılmaktadır [185, 262]. İki materyalin bir adeziv madde aracılığıyla bağlandığı ve kopma gerçekleşene kadar kesme kuvvetine yüklendiği bir test olarak tanımlanmaktadır [263]. Makaslama bağlanma dayanımı testlerindeki avantajlar, numune hazırlama kolaylığı ve basit test protokolünü içerir [264]. Bağlanma dayanımı, uygulanan maksimum kuvvetin ara yüz alanına bölünmesi yöntemiyle hesaplanmaktadır ve MPa cinsinden kaydedilmektedir [184]. Bir makaslama bağlanma dayanımı testinin makro veya mikro olduğunu anlamak için bağlantı yüzey alanına bakılır. Diş hekimliği çalışmalarında; bağlantı

alanı 3 mm²'den küçük olan örnekler mikro, 3 mm²'den büyük yüzey alanına sahip olan örnekler ise makro test olarak sınıflandırılmaktadır [265]. Bu bilgiler ışığında çalışmamızda bağlantı alanı 7,065 mm² olduğu için makro testlerden makaslama bağlanma dayanımı testi 1mm/dk çaprazkafa hızında uygulanmıştır.

Makaslama bağlanma dayanımı testinden sonra bağlantı başarısızlık tiplerinin incelenmesi amacıyla Feitosa ve ark.'nın [266] yaptıkları çalışmada olduğu gibi stereomikroskop ile örnek yüzeyleri incelenmiştir. Çalışmamızda bir stereomikroskop yardımı ile yüzeyler incelendikten sonra başarısızlık tipinin sinterden sonra femtosaniye lazer ve/veya tribokimyasal silika kaplama yüzey işlemi uygulanan gruplarda çoğunlukla karışık tipte olduğu; kontrol, sinterden önce femtosaniye lazer ve/veya tribokimyasal silika kaplama yüzey işlemi uygulanan gruplarda ise çoğunlukla adeziv tipte olduğu görülmüştür. Yeğin ve ark. [244] yapmış olduğu çalışmada femtosaniye lazer ile yüzey işlemi yapılmış olan gruplarda, Prieto ve ark.'nın [139] yapmış olduğu çalışmada tribokimyasal silika kaplama ve femtosaniye lazer ile yüzey işlemi yapılmış gruplarda, Yücel ve ark.'ın [267] femtosaniye lazer ve kumlama yapılan gruplarda karışık tipte başarısızlıklar gözlemlendiği ve daha yüksek bağlanma dayanımı kuvveti değerleri ile ilişkilendirilebileceği belirtilmiştir. Kara ve ark. [235] çalışmasında olduğu gibi bizim çalışmamızda da koheziv tipte kırık en az görülen kırık tipidir. Okutan ve ark. [232] sinterden önce femtosaniye lazer uygulanan grupların ağırlıklı olarak karışık tipte başarısızlık sergilediğini belirtirken bizim yapmış olduğumuz çalışmada ağırlıklı olarak adeziv tipte başarısızlık göstermiştir. Bu farklılıkların, örnek sayısı, uygulanan yüzey şekli ve kullanılan simandan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Kara ve ark. [235] yapmış oldukları çalışmada Zirkonzahn ve Zirkonzahn Prettau seramikler örneklerine femtosaniye (FS), Nd:YAG (NY) ve Er:YAG (EY) yüzey işlemleri uygulanmıştır. FS lazer tedavi grubu her iki seramikte de en yüksek bağlanma dayanımı (MPa: 52,8; 51,18) gösteren yüzey işlemi olduğu bulunmuştur. Yüzey pürüzlülük sonuçları ise bu sonucu destekleyici niteliktedir. Yine Nd:YAG ve femtosaniye lazerin karşılaştırıldığı bir çalışmada [268] araştırmacılar en yüksek bağlanma dayanımı sonucunu femtosaniye lazer ile işlem yapılmış grubun verdiğini belirtmişlerdir. Bu durumun nedeni olarak da titanyum safir lazerin, pikosaniyeler ve

femtosaniye darbe genişliğinde lazer ışını veren ve ikincil termal hasara neden olmayan oldukça güçlü ve ultra hızlı bir lazer olması gösterilmiştir.

Bu çalışmaların sonucu doğrultusunda, çalışmamızda lazer çeşitleri arasından femtosaniye lazer tercih edilmiştir.

Erdur ve ark.'nın [269] yapmış olduğu çalışmada feldspatik ve IPS e-Max porselen örneklerle yüzey işlemi olarak kumlama (50mm lik Al_2O_3), %5'lik HF asit, Ti:safir lazer, Nd:YAG lazer ve Er:YAG lazer uygulanmıştır. Ti:safir lazer, değerlendirilen yöntemler arasında her iki yüzeyde en yüksek bağ dayanımı ($16,76 \pm 1,37$ MPa) sergileyerek makaslama bağlanma dayanımı testinde diğer pürüzlendirme tekniklerinden daha iyi sonuçlar vermiştir.

Prieto ve ark.'nın [139] yapmış olduğu çalışmada kumlama ($25 \mu m Al_2O_3$) , tribokimyasal silika kaplama ($30 \mu m$) ve femtosaniye lazer uygulanmış zirkonya örneklerin bağlanma dayanımı testine göre en yüksek SBS'yi femtosaniye ile işlem yapılan grup ($10,8 \pm 1.9$ MPa) vermiştir. Bunu tribokimyasal silika kaplama (9.5 ± 2.3 MPa) ve kumlama (8.1 ± 3.6 MPa) grubu takip etmiştir. SEM ile incelendiğinde femtosaniye lazer yüzey topografyasının daha pürüzlü görünmesiyle de SBS değerinin yüksekliği desteklenmektedir.

Bizim çalışmamızda da sinterden sonra femtosaniye lazer uygulanan grubun makaslama bağlanma dayanımı ($11,81 \pm 1,93$ MPa), tribokimyasal silika kaplama yapılan gruptan ($9,47 \pm 1,85$ MPa) daha yüksek bulunmuştur.

Garcia sanz. ve ark.nın [270] yapmış olduğu çalışmada zirkonya seramik braketlere kumlama ($25mm Al_2O_3$), tribokimyasal silika kaplama, femtosaniye lazer ve ek olarak kumlamadan sonra femtosaniye lazer (K+FS) ile yüzey işlemleri yapılmıştır. Makaslama bağlanma testi sonucu en yüksek SBS değerini K+FS grubu vermiştir. Bu grubu sırasıyla FS kumlama ve tribokimyasal silika kaplama grubu izlemiştir.

Yeğin ve ark. nın [244] yapmış olduğu bir çalışmada, sinterizasyon işleminden sonra alüminyum oksitle kumlama (K), tribokimyasal silika kaplama(TS), femtosaniye lazer (FS) ve femtosaniye lazerle kumlamanın kombine (FS+K, K+FS) uygulandığı zirkonya numuneleri MDP monomeri içeren Panavia F2 ile simantasyondan sonra

makaslama bağlanma dayanım değerleri karşılaştırmıştır. Kumlama ($7,66 \pm 2,04$ MPa) ve tribokimyasal silika kaplama ($5,62 \pm 1,39$) grubunun bağlanma dayanımı değerlerinde istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmamıştır. Ancak femtosaniye lazer grupları (FS:13,35; FS+K:11, 31; K+FS:13,23) daha yüksek bağlanma değerleri göstermiştir. FS lazer gruplarının, SEM görüntülerinde gözlenen daha pürüzlü bir yüzey ve yüzeyde homojen, düzgün dairesel şekilli girintilerin rezin siman ile doldurulmasıyla daha entegre bir bağlanma mekanizması oluşturulduğu düşünülmektedir. Buna ek olarak, FS lazerin kumlama ile kombinasyonunun SEM görüntülerinde olduğu gibi bağ kuvvetini iyileştirmede önemli bir etkisi olmadığı bildirilmiştir. Yalnızca FS lazerle işlem görmüş yüzeylerle karşılaştırıldığında, FS lazer işleminden önce veya sonra kumlama ile yalnızca minimum yüzey değişiklikleri gözlemlendiği belirtilmiştir.

Çalışmamızda, tribokimyasal silika ve femtosaniye lazerin kombine olarak uygulandığı gruplarda (SSF+SST: $13,16 \pm 2,07$; SST+SSF: $13,56 \pm 2,21$) sadece lazer uygulanmış gruba (SSF: $11,81 \pm 1,93$) göre istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmamıştır.

Yılmaz Savaş ve ark.'nın [271] yapmış olduğu çalışmada zirkonya örneklerine Er:YAG lazer, femtosaniye lazer ve kumlama ile yüzeyler pürüzlendirilmiştir. Bağlanma testi sonucuna göre en yüksek değer femtosaniye lazer ile yüzey işlemi uygulanmış grupta gözlenmiştir. Aynı uygulamaların yapıldığı Yücel ve ark.'nın [267] çalışmasında ise en yüksek bağlanma dayanımı değeri kumlama grubunda gözlemlenmiştir. Femtosaniye lazerle işlenmiş yüzeyin yuvarlak geometrik formu, kumlama ile sağlanan düzensiz yüzey topografyasına göre yetersiz retansiyona sahip olabileceği ve böylelikle femtosaniye lazer gruplarının kumlama gruplarına göre düşük SBS değerlerini açıklayabileceği belirtilmiştir.

Okutan ve ark.[232] yapmış oldukları çalışmada zirkonya numunelere farklı yüzey uygulama protokolleri ($50 \mu\text{m}$ Al_2O_3 ile kumlama ve femtosaniye lazer) farklı sinterleme aşamalarında ve kombine bir şekilde uygulanmış olup makaslama bağlanma dayanımı ve kırık tipleri açısından incelenmiştir. Femtosaniye lazer uygulanan gruplar kumlama gruplarına göre daha yüksek SBS değerleri göstermiştir. Femtosaniye lazer uygulanan gruplar kendi aralarında karşılaştırıldığında sinterden

önce lazer uygulanan grupların SBS değerlerinin daha yüksek olduğu bulunmuştur. Elde edilen SBS değerleri, pürüzlülükle doğru orantı göstermektedir.

Yapmış olduğumuz çalışmada da femtosaniye lazer ve tribokimyasal silika kaplama işlemlerinin kombine olarak uygulandığı gruplar en yüksek bağlanma değerlerine sahip olmakla birlikte bu grupların, SSF grubu ve SÖT+SST grubu ile de arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmamıştır. SÖT+SST grubunun bağlanma dayanımının yüksek olmasının sebebinin sinterden önce uygulanan tribokimyasal silika kaplanması sonucu, presinterize yani yumuşak olan zirkonyanın yüzeyin daha geniş ve derin girintili alanlar oluşturularak siman uygulanacak olan alanı artırmakla birlikte kimyasal olarak adezyonu sağlayan silika pariküllerinin daha derine gömülmesini sağlamaktadır. Sinterizasyondan sonra, aynı işlem yapılarak artmış olan yüzey alanına daha fazla silika partikülleri nüfuz ederek tekrar hem pürüzlülüğü hem kimyasal adezyonu pekiştirdiği için bağlanma değeri yüksek çıktığı düşünülmektedir. SÖT+SST grubu femtosaniye lazerin kombine uygulandığı diğer gruplarla karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı bir fark çıkmadığı ve kullanımının kolay, hızlı ve hasta başında bile kullanılabilir olması sebebiyle tribokimyasal silika kaplama rutinde kullanımı önerilen bir uygulama olabilmektedir.

Yapmış olduğumuz çalışmada bağlanma dayanımı değerleri pürüzlülükle aynı oranda artmamıştır. Bu nedenle, yüzey pürüzlülüğü/makaslama bağlanma dayanımı ilişkisi doğrusal olmayabilir [272] ve tribokimyasal silika kaplanması ile pürüzlülüğün yanında kimyasal adezyon da sağlanmıştır.

Çalışmamızda femtosaniye lazer ile yüzey işlemi yapılmış grupların diğer çalışmalarla bağlanma dayanımı değerleri farklılık göstermektedir. Araştırmacılar bu durumun, femtosaniye lazer ile uygulanan şekillerdeki değişiklik, farklı belirgin hızlar, tekrar sayısı (aynı noktadan geçen), çalışma frekansı (kHz) ve darbe başına uygulanan gücün, kraterlerin derinliğini ve genişliğini etkilediği belirtilmiştir [273]. Femtosaniye lazerle materyalin özelliği bozulmadan yüzeyel bir tabakada istenilen şekil elde edilebilmektedir [274]. Yüzeyin derinliği ve şekli, bir yüzey işlemi oluşturmak için özel bir yazılım kullanılarak kolayca hazırlanabilir. Zirkonya yüzey işlemleri konvansiyonel yöntemlerle yapılsa da femtosaniye lazer tedavisinin zirkonya yüzeyler üzerindeki etkilerine ilişkin veriler sınırlıdır [273].

Femtosaniye lazer tarafından oluşturulan farklı yüzey şekillerinin zirkonya-rezin siman arasındaki makaslama bağlanma dayanımı üzerindeki etkisini araştıran bir çalışmada [273], dört farklı yüzey şekli oluşturulmuştur. Bu şekiller; dairesel girintili yüzey, dairesel çıkıntılı yüzey, kare girintili yüzey ve kare çıkıntılı yüzey şekilleridir. Yüzey işleme protokolleri uygulandıktan sonra optik profilometre ve SEM ile yüzeyler görüntülenip makaslama bağlanma dayanımı testi yapılarak incelenmiştir. Dairesel çıkıntılar oluşturulan seramik yüzeyin (18,6 MPa) en yüksek bağlanma dayanımı gösterdiği belirtilmiştir. Bununla birlikte dairesel biçimli girintili yüzey en düşük bağlanma dayanımı değerlerine (9,9 MPa) sahip olduğu görülmüştür. Farklı geometrik şekillere sahip çıkıntılı yüzeyler için elde edilen sonuçlar istatistiksel olarak benzer (kare ve dairesel şekiller sırasıyla 18,2 ve 18,6 MPa) ve girintili yüzeyler için elde edilen sonuçlardan önemli ölçüde daha yüksek olduğu bulunmuştur. Gruplar arasındaki bu farklılıkların yüzey alanına ve ıslanabilirliğe bağlı olabileceği düşünülmüştür. Ayrıca girinti şeklinde oluşturulan yüzeyler, ıslanabilirlik ve rezin siman ile temas alanını azaltacak biçimde etkilerken; aksine çıkıntı oluşturulan yüzeylerin ıslanabilirlik ve temas açısını olumlu yönde arttırdığı görülmüştür. Ayrıca cross-section SEM görüntülerinde rezin simanın, girinti şekli yapılan gruplardaki delikleri daha az doldurduğu görülmüştür.

Inokoshi ve ark.nın [243] yapmış olduğu bir çalışmada translüsent zirkonyaya 50 mm Al_2O_3 ile kumlama ve femtosaniye lazerle oluşturulan şekillerin pürüzlülükleri ve SEM görüntüleri incelenmiştir. Femtosaniye lazerle oluşturulan şekiller noktasal (14, 20 ve 40 μm çizgi mesafeleri) ve çapraz çizgi (20 ve 40 μm çizgi mesafeleri) desenleri olarak belirlenmiştir. Lazerle ışınlanmış yüzeylerin kumlanmış yüzeylere göre daha yüksek derecede yüzey pürüzlülüğü sergilediğini görülmüştür. 20 μm ve 40 μm mesafede nokta veya çapraz çizgi desenlerinin FL ışınlaması, gelecekteki araştırmalar için potansiyel adaylar olarak gösterilmiştir.

Yapılan çalışmalar ışığında, çalışmamızda zirkonya örnekler üzerinde femtosaniye lazerle kare şeklinde çıkıntılı yüzeyler oluşturulmuştur.

Noktasal şekilde yüzey şekilleri uygulanan çalışmalar olmakla birlikte [243, 246, 267] genelde femtosaniye lazer uygulamalarında araştırmacılar, mikro oluk şekillerini tercih etmişlerdir [139, 141, 242, 245, 246, 275-277].

Benzer şekilde Yücel ve ark.'nın [236] femtosaniye lazerle oluşturulan farklı yüzey şekillerinin 90° ve 30° derece açılarla oluşturulduğu bir çalışmada makaslama bağlanma dayanımı ve kırık tipleri karşılaştırılmıştır. Zirkonya örneklerine; damalı kare, dairesel girinti ve spiral şekiller olmak üzere 3 farklı yüzey şekli oluşturulmuştur. Damalı kare şekli oluşturulan yüzeylerin 30°, 90° ve spiral şekilli yüzeylerin 30° femtosaniye lazerle pürüzlendirilmesi sonucu oluşturulan grupların SBS değerleri en yüksek bulunmuştur. Bunu, spiral şekilli 90° ve dairesel girintilerin oluşturulduğu yüzeyler takip etmiştir. Spiral ve damalı kare gruplarının yüksek ortalama SBS değerleri; spiral formun sürekli tutulması ve kare formun kenarlarında oluşan direnç ile ilişkilendirileceği bildirilmiştir. SBS değerleri; yüzey pürüzlülüğüyle doğru oranda, açı değeriyle ise ters oranda bir artış göstermiştir.

X-ray difraksiyon (XRD) tekniği, X ışınları yardımıyla seramik ve metal gibi kristal yapıları malzemelerin moleküllerinin geometri ve şeklini belirlemek için kullanılmaktadır. Böylelikle malzemeye fiziksel ve kimyasal uygulamaların; kristal yapısını, boyutunu ve kristal yapı üzerindeki etkilerini tespit edebilmektedir [278]. XRD; zirkonyanın transformasyon kinetiğini, tahribat oluşturmada, nicel bir şekilde değerlendiren geleneksel ilk tekniktir. X ışını birkaç milimetre genişliğinde olduğu için, genellikle zirkonya örnek yüzeyinin bir kısmının davranışını karakterize etmektedir.

Zirkonyaya uygulanan yüzey işlemleri; malzeme yüzeyinde yüzey pürüzlülüğü, faz dönüşümü, mikroçatlak oluşumu, eğilme dayanımında azalma veya artma gibi etkiler oluşturabilmektedir. Zirkonya seramiklerde uygulanan işlemlerin, bu malzemelerin kristal yapı içeriklerinde, yüzey morfolojilerinde, mekanik özelliklerinde ve güvenilirliklerinde oluşturduğu değişiklikler birçok araştırmacı tarafından incelenmiştir. Yapılan çalışmalarda özellikle sinterizasyondan sonra yapılan yüzey protokollerinin zirkonyaya etkisi üzerine yoğunlaşmıştır [279-282]. Bazı çalışmalarda yüzeye uygulanan işlemler nedeniyle monoklinik dönüşüm arttığında materyalin dayanıklılığının azaldığı belirtilmiştir [283, 284]. Bazı yazarlar, materyalde m-fazının varlığının uzun vadede daha yüksek kırılma eğilimi ve azalmış güvenilirlik ile sonuçlanabileceğini öne sürmektedir [285, 286].

Çalışmamızda monolitik zirkonya seramiğe uygulanan yüzey protokollerinden sonra; örneklerdeki t-m dönüşümünü değerlendirebilmek amacıyla XRD analizi kullanılmış, örneklerin göreceli monoklinik faz miktarı değerleri X_m ile elde edilmiştir.

Zirkonya yüzeyine uygulanan kumlama ve tribokimyasal silika kapmalama yönteminin, farklı sinterleme döngüsünde oluşan faz dönüşümünü değerlendirmeyi amaçlayan çalışmada [230]; sinterden sonra yüzey işlemi yapılan alt gruplar değişen miktarlarda monoklinik faz oranları gösterirken kontrol grubunun hiç göstermediği ve presinterize aşamada yüzey işlemi yapılan alt gruplar, sinterlemeden önce test edildiğinde nispeten yüksek bir monoklinik faz yüzdesi olduğu görülmüştür. Değerler, sinterden önce test edildiğinde kontrol grubuna göre çok daha yüksek çıkmıştır. Bununla birlikte, kontrol grubu ve presinterize aşamada işlenen grubun numunelerinin sinterlenmesinden sonra, monoklinik fazın tamamen tetragonal faza dönüştüğü görülmüştür. Bunun başlıca nedeni, sinterlemenin tetragonal-monoklinik dönüşüm sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklıkta yapılması olarak belirtilmiştir.

Bu sonuçlar, farklı sinterleme aşamalarında Al_2O_3 ile kumlama yapılan Moon ve ark.'nın [229] yapmış olduğu çalışmayla uyumludur. Bu çalışmaya göre sinterden önce kumlama yapılan grupta XRD paterni, sinterden sonra kumlama yapılan gruba göre daha düşük monoklinik faz oranı göstermiştir. Sinterden önce kumlanmış Y-TZP numunelerinin bağıl monoklinik faz oranı (x_m) %16,9 olduğu, ancak sinterledikten sonra değerler neredeyse sıfıra düştüğü görülmüştür. Sonuç olarak, monoklinik fazın son oranı sinterden önce kumlama gruplarında neredeyse sıfır, sinterden sonra kumlama gruplarında ise %11,4 idi.

Yapmış olduğumuz çalışmada, sinterden önce yüzey işlemi yapılan grupların sinterlendikten sonra monoklinik faz oranları kontrol grubuyla (0,02%) çok yakın değerler göstermiştir. Daha önceki çalışmalarda doğrulandığı gibi [216, 287], monoklinik fazın neredeyse tamamı teragonal faza dönüşmüştür.

Monaco ve ark. [216] farklı kum büyüklükleriyle (110 μm , 50 μm) kumlama ve tribokimyasal silika kaplama (30 μm) yaptıkları çalışmada, presinterize aşamada kumlamaya tabi tutulan örneklerin ve kontrol grubuna ait örneklerin sinterizasyon işleminden sonra monoklinik faz içermediğini bildirmişlerdir. Sinterleme sonrasında kumlanan örneklerin XRD analizlerinde ise belirgin monoklinik pikler kaydedilmiştir.

Sinterleme işlemi sonrasında 50 µm ve 30 µm boyutlarındaki partiküllerle kumlanan örneklerin içerdikleri monoklinik faz oranı benzer bulunmuştur ve sırasıyla %10, %8'dir. 110 µm alüminyum oksit ile kumlananlarda ise daha fazla (%14) olduğu görülmüştür. Araştırmacılar, sinterden sonra kumlanan örneklerdeki monoklinik faz oranının aşındırıcı parçacık çapı ve dolayısıyla darbe enerjisi ile bağlantılı olduğunu bildirmişlerdir.

Sinterizasyondan sonra 30 µm tribokimyasal silika kaplama yapılan çalışmalardan Fonseca ve ark. [288], Turp ve ark.[289] ve Monaco ve ark [216] monoklinik faz dönüşümü (xm%) oranları sırasıyla %4 ,%9.03 ve %8 olarak tespit etmişlerdir. Çalışmamızdaki faz dönüşümü değerleri, sinterlemeden sonra tribokimyasal silika kaplama yapılan gruplarda %0.07, %0.08, %0.09, %0,11 olarak bulunmuştur.

Literatürdeki faz dönüşümü çalışmalarında görülen farklılıklar; malzemeler arasındaki stabilize edici oksitlerin çeşidi, dağılımı ve konsantrasyonu [44, 290], zirkonya seramiğin grenlerinin büyüklüğü [291] ve zirkonya seramiği markaları arasında monoklinik faz yüzdesinden kaynaklanabilir. Çalışmamızda yüksek translüsent monolitik zirkonya kullanılmıştır. Uygulanan yüzey işlemleri sonucu monoklinik fazın daha az çıkmasının nedeni materyal içeriğindeki monoklinik ve tetragonal fazın daha az olmasından kaynaklanmaktadır.

Sinterizasyondan sonra kumlama ve femtosaniye lazer uygulanmış zirkonya örneklerle XRD analizi yapılan başka bir çalışmada [245]; kontrol grubunun monoklinik faz oranı (xm%) %1,12, 110 µm Al₂O₃ ile kumlama yapılan grubun %16,9, femtosaniye lazer şeklinin 50 µm genişlik, 30 µm derinlik ve 100 µm aralığa sahip mikro oluk şekli uygulanan MG-A grubunda %4,63, 30 µm genişlik, 20 µm derinlik ve 60 µm aralığa sahip mikro oluk şekli uygulanan MG-B grubunda %2,43 bulunmuştur. MG-A grubunda hafif monoklinik faz piki gözlenirken MG-B grubunda monoklinik faz pikinin görülmediği bildirilmiştir. İki mikro yivli grup arasındaki bu fark, farklı lazer parametrelerinden kaynaklanıyor olabileceği düşünülmektedir. Yaptığımız çalışmada da femtosaniye lazer uygulanan örneklerde belirgin monoklinik faz piki görülmemekle birlikte sinterden önce yüzey işlemi yapılan ve sadece femtosaniye lazer uygulanan grupların tetragonal faz pikleri yüksek bulunmuştur.

Delgado-Ruiz ve ark. [246] yapmış olduğu çalışmada zirkonya implantlar üzerine femtosaniye lazerle, porlar ve oluklar yapılmıştır ve XRD analizi sonucu monoklinik faz yüzdeleri sırasıyla %1,94 ve %1,72 olduğu bulunmuştur ve kontrol grubundan çok daha düşük (%4.32) çıkmıştır. Araştırmacılar, femtosaniye lazer ile işlenmiş yüzeylerin faz dönüşümü sergilemediğini belirtmişlerdir. XRD ve raman spektrofotometresi ile bakılan örneklerde işlenen alanların spektrumlarında tetragonal faz dışında herhangi bir pikin bulunmaması; hem örneğin üretimi sırasında oluşan mevcut monoklinik fazın ortadan kaldırılmasını hem de femtosaniye lazer ablasyonun mikroyapılarla sınırlanan bölgelerin kristal yapısı üzerindeki etkisinin ihmal edilebilir düzeyde olmasını desteklemektedir.

Okutan ve ark. [232] yapmış oldukları çalışmada zirkonya numunelere farklı yüzey uygulama protokolleri (50 μm Al_2O_3 ile kumlama ve femtosaniye lazer) farklı sinterleme aşamalarında ve kombine bir şekilde uygulanıp XRD analizi yapılmıştır. Araştırmacılar; femtosaniye lazerin görünür herhangi bir mikro çatlak oluşumu olmadan iyi yapılandırılmış düzgün yüzey dokuları oluşturduğunu ve bu nedenle, sinterden sonra uygulandığında bile kristalografik yapıyı önemli ölçüde değiştirmediklerini belirtmişlerdir. Sinterden önce kumlama, sinterden önce femtosaniye lazer, sinterden sonra femtosaniye lazer ve kontrol gruplarının örnekleri neredeyse monoklinik fazından arınmış ve benzer XRD paternlerinin sergilediği bulunmuştur. Bununla birlikte, sinterden sonra kumlama yapılan tüm numunelerde önemli ölçüde artan monoklinik fazı içeriği tespit edilmiştir. Bu çalışmanın sonuçlarıyla uyumlu olarak çalışmamızda kontrol, sinterden önce femtosaniye, sinterden önce tribokimyasal silika kaplama, sinterden sonra femtosaniye yapılan grupların monoklinik oranları neredeyse olmamakla birlikte sinterden sonra tribokimyasal silika kaplama yapılmış gruplarda daha yüksek bulunmuştur.

6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Monolitik zirkonya örneklerle, yüzey işlemlerinin hem farklı sinterleme aşamalarında hem de kombine olarak uygulanıp bağlanma, pürüzlülük ve faz dönüşümü üzerindeki etkisinin incelendiği çalışmamızdan elde edilen bulgulara göre;

1. Yüzey pürüzlülük değerleri femtosaniye lazer uygulanan gruplarda daha yüksek bulunmuştur fakat yüzey pürüzlülüğü ile makaslama bağlanma dayanımı değerleri arasında pozitif korelasyon olmadığı görülmüştür.
2. Presinterize zirkonyaya uygulanan yüzey işlemlerinden sonra daha yuvarlak hatlı, sinterden sonra uygulanan yüzey işlemlerinden sonra daha keskin ve sivri köşeli pürüzlü yüzeyler elde edilmiştir. Bu durum, adezyonda keskin ve sivri köşelerin dezavantajını ortadan kaldırmaktadır.
3. Tribokimyasal silika kaplama uygulaması ile mekanik tutuculukla birlikte kimyasal adezyon da sağlanmıştır.
4. Makaslama bağlanma dayanımı, farklı sinterleme aşamalarında tribokimyasal silika kaplama ve/veya femtosaniye lazerin kombine olarak uygulandığı Grup 4,5,8, ve 9'da yüksek bulunmuştur ve aralarında istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmamıştır.
5. Çalışmada sinterden sonra femtosaniye lazer uygulaması yapılan grup (Grup 7), sinterden sonra tribokimyasal silika kaplama yapılan gruba (Grup 6) göre ortalama bağlanma dayanımı değeri daha yüksek bulunmuştur. Fakat aralarında istatistiksel olarak anlamlı bir fark yoktur.
6. Çalışmada yapılan XRD analizine göre en yüksek tetragonal faz piki kontrol grubunda bulunmuştur. bunu sırasıyla sinterden önce yüzey işlemi yapılan gruplar ve sinterden sonra femtosaniye lazer uygulanan grup izlemektedir.
7. XRD analizine göre sinterden sonra tribokimyasal silika kaplama yüzey işleminin, monoklinik piklerinin yoğunluğunu artırdığını ve tetragonal piklerin yoğunluğunu azalttığını ortaya koymuştur
8. Çalışmadan elde edilen verilere göre, sinterden önce uygulanan yüzey işlemlerinden sonra yapılan XRD analizine göre, faz dönüşümünün olmadığı bulunmuştur.
9. Sinterizasyonun ardından uygulanan yüzey işlemlerinden sonra yapılan XRD analizine göre femtosaniye lazerin monolitik zirkonya örneklerde

tribokimyasal silika kaplama uygulamasına göre çok daha az faz dönüşümü görülmüştür.

10. Grup 4 (SÖT+SST), femtosaniye lazerin kombine uygulandığı diğer gruplarla karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı bir fark çıkmamıştır. grup 4 ün kullanımının kolay, hızlı ve hasta başında bile kullanılabilir olması sebebiyle klinik olarak önerilebilir.
11. Gelecekte klinik uygulamalar için umut vadeden ve faz dönüşümüne sebebiyet vermeyen femtosaniye lazer uygulaması için daha fazla çalışma yapılması önerilmektedir.
12. Femtosaniye lazer ile farklı yüzey şekilleri tasarlanabilir. Gelecekte daha farklı şekiller üzerine femtosaniye lazer çalışmaları planlanabilir.
13. Bu çalışma, eğilme mukavemeti testi, sertlik testi vb. gibi klinik açıdan önemli olan farklı test yöntemleriyle desteklenmelidir.
14. Çalışmamızda tek çeşit siman ve zirkonya blok kullanılmıştır. Son yıllarda piyasaya yeni sürülmüş gerek monolitik gerekse çok katmanlı bloklar ve farklı simanlarla gelecekte daha çok in-vitro ve in-vivo çalışmalar yapılmalıdır.

KAYNAKÇA

1. Al-Wahadni A, et al. Shade-match perception of porcelain-fused-to-metal restorations: a comparison between dentist and patient. *J Am Dent Assoc*, 2002. **133**(9): p. 1220-5; quiz 1260-1.
2. Thompson JY, et al. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater*, 2011. **27**(1): p. 71-82.
3. Rosenblum MA, Schulman A. A review of all-ceramic restorations. *J Am Dent Assoc*, 1997. **128**(3): p. 297-307.
4. McLean JW. Evolution of dental ceramics in the twentieth century. *J Prosthet Dent*, 2001. **85**(1): p. 61-6.
5. Zarone F, Russo S, Sorrentino R. From porcelain-fused-to-metal to zirconia: clinical and experimental considerations. *Dent Mater*, 2011. **27**(1): p. 83-96.
6. Christensen GJ. Computerized restorative dentistry. State of the art. *J Am Dent Assoc*, 2001. **132**(9): p. 1301-3.
7. Kim HJ, et al. Effect of zirconia surface treatments on the shear bond strength of veneering ceramic. *J Prosthet Dent*, 2011. **105**(5): p. 315-22.
8. Lee YK, Cha HS, Ahn JS. Layered color of all-ceramic core and veneer ceramics. *J Prosthet Dent*, 2007. **97**(5): p. 279-86.
9. Jiang L, et al. Effects of sintering temperature and particle size on the translucency of zirconium dioxide dental ceramic. *J Mater Sci Mater Med*, 2011. **22**(11): p. 2429-35.
10. Sailer I, et al. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont*, 2007. **20**(4): p. 383-8.
11. Bindl A, Lüthy H, Mörmann WH. Strength and fracture pattern of monolithic CAD/CAM-generated posterior crowns. *Dent Mater*, 2006. **22**(1): p. 29-36.
12. Zhang Y, Lawn BR. Novel Zirconia Materials in Dentistry. *J Dent Res*, 2018. **97**(2): p. 140-147.
13. Anusavice KJ. Phillips' Science of Dental Materials. 12th ed. Chapter 18, Dental Ceramics. 2003. p. 418-74.
14. Powers JM, Sakaguchi RL. Craig's Restorative Dental Materials. 12th ed. chapter 18. 2006, New York, Mosby.
15. van Dijken JW. All-ceramic restorations: classification and clinical evaluations. *Compend Contin Educ Dent*, 1999. **20**(12): p. 1115-24, 1126 passim; quiz 1136.
16. Leinfelder KF. Porcelain esthetics for the 21st century. *J Am Dent Assoc*, 2000. **131** Suppl: p. 47s-51s.
17. Ring ME. Dentistry: An illustrated history. 1985, New York, Mosby. 180.
18. Yavuzylmaz H, et al. Tam Porselen Sistemleri. *GÜ Diş Hek Fak Derg* 2005. **22**: p. 41-48.
19. McLean JW. The science and art of dental ceramics. *Oper Dent*, 1991. **16**(4): p. 149-56.
20. Jones DW. Development of dental ceramics. An historical perspective. *Dent Clin North Am*, 1985. **29**(4): p. 621-44.
21. Anusavice KJ, Shen C, Rawls HR. Phillips' science of dental materials. 2012: Elsevier Health Sciences.
22. Pilathadka S, Vahalová D. Contemporary All-ceramic Materials-Part 1. *Acta Medica-Hradec Kralove-*, 2007. **50**(2): p. 101.

23. Deany IL. Recent advances in ceramics for dentistry. *Crit Rev Oral Biol Med*, 1996. 7(2): p. 134-43.
24. McLean JW, Hughes TH. The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides. *Br Dent J*, 1965. 119(6): p. 251-67.
25. Reich S, Hornberger H. The effect of multicolored machinable ceramics on the esthetics of all-ceramic crowns. *J Prosthet Dent*, 2002. 88(1): p. 44-9.
26. Kelly RJ, Nishimura I, Campbell SD. Ceramics in dentistry: Historical roots and current perspectives. *J Prosthet Dent*, 1996. 75: p. 18-32.
27. Tural Z, Yamaner IŞ, Tuncer E. Historical development of dental ceramics. *J Dent Fac Atatürk Uni*, 2015: p. 157-166.
28. Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *J Prosthet Dent*, 2007. 98(5): p. 389-404.
29. Kelly JR, Benetti P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. *Aust Dent J*, 2011. 56 Suppl 1: p. 84-96.
30. Gürel G. Porselen Laminat Venerler Bilim ve Sanatı. Quintessence Yayıncılık Ltd. Şti., 2004: p. 31.
31. Raigrodski AJ. Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: a review of the literature. *J Prosthet Dent*, 2004. 92(6): p. 557-62.
32. Anusavice KJ. Phillips' Science of Dental Materials. Biocompatibility. 2013, St. Louis: Elsevier Saunders.
33. Beuer F, et al. High-strength CAD/CAM-fabricated veneering material sintered to zirconia copings--a new fabrication mode for all-ceramic restorations. *Dent Mater*, 2009. 25(1): p. 121-8.
34. Mundhe K, et al. Clinical study to evaluate the wear of natural enamel antagonist to zirconia and metal ceramic crowns. *J Prosthet Dent*, 2015. 114(3): p. 358-63.
35. Miyazaki T, et al. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res*, 2013. 57(4): p. 236-61.
36. Gracis S, et al. A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. *Int J Prosthodont*, 2015. 28(3): p. 227-35.
37. O'Brien WJ. Dental materials and their selection, 2002. Quintessence, 2002.
38. Kelly JR, Benetti P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. *Aust Dent J*, 2011. 56: p. 84-96.
39. Uslu YŞ, Ulukapı H. İndirekt Restorasyonlarda Kullanılan Materyaller ve Üretim Yöntemleri. *Türkiye Klinikleri*; 2019. p.17-27.
40. Sriamporn T, et al. Dental zirconia can be etched by hydrofluoric acid. *Dent Mater J*, 2014. 33(1): p. 79-85.
41. Guess PC, et al. All-ceramic systems: laboratory and clinical performance. *Dent Clin North Am*, 2011. 55(2): p. 333-52, ix.
42. Kim B, et al. Fracture of porcelain-veneered structures in fatigue. *J Dent Res*, 2007. 86(2): p. 142-6.
43. Li RW, Chow TW, Matinlinna JP. Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: state of the art. *J Prosthodont Res*, 2014. 58(4): p. 208-16.
44. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*, 1999. 20(1): p. 1-25.
45. Vagkopoulou T, et al. Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. *Eur J Esthet Dent*, 2009. 4(2): p. 130-51.

46. Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent Mater*, 2004. 20(5): p. 449-56.
47. Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CH. Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mater*, 2006. 22(2): p. 195-200.
48. Kelly JR. Dental ceramics: current thinking and trends. *Dent Clin North Am*, 2004. 48(2): p. viii, 513-30.
49. Lughi V, Sergo V. Low temperature degradation-aging-of zirconia: A critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dental materials*, 2010. 26(8): p. 807-820.
50. Chevalier J, Gremillard L, Virkar AV, Clarke DR. The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends. *J.Am.Ceram*, 2009. 92(9): p. 1901-1920.
51. Claussen N. Fracture toughness of Al₂O₃ with an unstabilized ZrO₂ Dispersed phase. *J. Am. Ceram*, 1976. 59(1-2): p. 49-51.
52. Tanaka K, Tamura J, Kawanabe K, Nawa M, Oka M, Uchida M, Kokubo T, Nakamura T. Ce-TZP/Al₂O₃ nanocomposite as a bearing material in total joint replacement. *J. Biomed. Mater. Res*, 2002. 63(3): p. 262-270.
53. Guess PC, Schultheis S, Bonfante EA, Coelho PG, Ferencz JL, Silva NRF. All-ceramic systems: laboratory and clinical performance. *Dental clinics*, 2011. 55(2): p. 333-352.
54. Spitznagel FA, et al. Resin bond to indirect composite and new ceramic/polymer materials: a review of the literature. *J Esthet Restor Dent*, 2014. 26(6): p. 382-393.
55. Turp V, Sen D, Tuncelli B, Goller G, Mutlu Ö. Evaluation of air-particle abrasion of Y-TZP with different particles using microstructural analysis. *Aust Dent J*, 2013. 58(2): p. 183-191.
56. Luthardt RG, et al. CAD/CAM-machining effects on Y-TZP zirconia. *Dental Materials*, 2004. 20(7): p. 655-662.
57. Lohbauer U, Zipperle M, Rischka K, Petschelt A, Müller FA. Hydroxylation of dental zirconia surfaces: characterization and bonding potential. *J Biomed Res, Part B*, 2008. 87(2): p. 461-467.
58. Christel P, Meunier A, Heller M, Torre JP, Peille CN. Mechanical properties and short-term in vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia. *J Biomed Res*, 1989. 23(1): p. 45-61.
59. Gupta T, Bechtold JH, Kuznicki RC, Cadoff LH, Rossing BR. Stabilization of tetragonal phase in polycrystalline zirconia. *J Mater Sci*, 1977. 12: p. 2421-2426.
60. Kelly JR, Nishimura I, Campbell SD. Ceramics in dentistry: historical roots and current perspectives. *Journal Prosthet Dent*, 1996. 75(1): p. 18-32.
61. Thompson Jy, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater*, 2011. 27(1): p. 71-82.
62. Marshall D, Evans A, Drory M. Transformation toughening in ceramics. *Fracture Mechanics of Ceramics*, 1983. 6: p. 289-307.
63. Evans A, Heuer A. Transformation toughening in ceramics: martensitic transformations in crack-tip stress fields. *J Am Ceram*, 1980. 63(5-6): p. 241-248.
64. Yılmaz Ş. Ysz esaslı mühendislik seramiklerinin enjeksiyon döküm yöntemiyle üretim süreçlerinin incelenmesi. 2000.

65. Garvie RC, Hannink R, Pascoe R. Ceramic steel? *Nature*, 1975. 258(5537): p. 703-704.
66. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater*, 2008. 24(3): p. 299-307.
67. Robin C, Scherrer SS, Wiskott HWA, de Rijk WG, Belser UC. Weibull parameters of composite resin bond strengths to porcelain and noble alloy using the Rocatec system. *Dental Materials*, 2002. 18(5): p. 389-395.
68. Chevalier J, Deville S, Münch E, Jullian R, Lair F. Critical effect of cubic phase on aging in 3 mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. *Biomaterials*, 2004. 25(24): p. 5539-5545.
69. Munoz-Saldana, J, Balmori- Ramirez H, Jaramillo- Vigueras D, Iga T, Schneider GA. Mechanical properties and low-temperature aging of tetragonal zirconia polycrystals processed by hot isostatic pressing. *J Mater Res*, 2003. 18(10): p. 2415-2426.
70. Bultan Ö, Öngül D, Türkoğlu P. Zirkonyanın Mikroyapılarına Ve Üretim Şekillerine Göre Sınıflandırılması. *J Istanbul Univ Fac Dent*, 2010. 44(3): p. 197-204.
71. Swab J. Low temperature degradation of Y-TZP materials. *J Mater Sci*, 1991. 26: p. 6706-6714.
72. Sato T, Shimada M. Transformation of yttria-doped tetragonal ZrO₂ polycrystals by annealing in water. *J Am Ceram*, 1985. 68(6): p. 356-356.
73. Luthardt R, Holzhüter M, Sandkuhl O, Herold V, Schnapp JD, Kuhlisch E, Walter M. Reliability and properties of ground Y-TZP-zirconia ceramics. *J Dent Res*, 2002. 81(7): p. 487-491.
74. Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials*, 2006. 27(4): p. 535-543.
75. Ardlin BI. Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. *Dent Mater*, 2002. 18(8): p. 590-595.
76. Raigrodski AJ, Chiche GJ. The safety and efficacy of anterior ceramic fixed partial dentures: A review of the literature. *J Prosthet Dent*, 2001. 86(5): p. 520-5.
77. Tinschert J, Natt G, Hassenpflug S, Spiekermann H. Status of current CAD/CAM technology in dental medicine. *Int J Comput Dent*, 2004. 7(1): p. 25-45.
78. Şen N. Monolitik Zirkonya. *Türkiye Klinikleri Protetik Diş Tedavisi Özel Dergisi*, 2017. 3: p. 127-32.
79. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater*, 2008. 24(3): p. 299-307.
80. Tinschert J, Natt G, Mautsch W, Augthun M, Spiekermann H. Fracture resistance of lithium disilicate-, alumina-, and zirconia-based three-unit fixed partial dentures: a laboratory study. *Int J Prosthodont*, 2001. 14(3): p. 231-8.
81. Curtis AR, Wright AJ, Fleming GJ. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. *J Dent*, 2006. 34(3): p. 195-206.
82. Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mater*, 2008. 24(3): p. 289-98.
83. Sundh A, Sjögren G. Fracture resistance of all-ceramic zirconia bridges with differing phase stabilizers and quality of sintering. *Dent Mater*, 2006. 22(8): p. 778-784.

84. Lange F. Transformation toughening: Part 4 Fabrication, fracture toughness and strength of Al₂O₃-ZrO₂ composites. *J Mater Sci*, 1982. 17: p. 247-254.
85. Deville S, Fantozzi G, Bartolome JF. Development of advanced zirconia-toughened alumina nanocomposites for orthopaedic applications. in *Key Engineering Materials*. 2004. Trans Tech Publ.
86. Guazzato M, Albakry M, Quach L, Swain MV. Influence of grinding, sandblasting, polishing and heat treatment on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina-reinforced dental ceramic. *Biomaterials*, 2004. 25(11): p. 2153-2160.
87. Tsukuma K, Shimada M. Strength, fracture toughness and Vickers hardness of CeO₂-stabilized tetragonal ZrO₂ polycrystals (Ce-TZP). *J Mater Sci*, 1985. 20: p. 1178-1184.
88. Tsukuma K. Mechanical properties and thermal stability of CeO₂/containing tetragonal zirconia polycrystals. *Am. Ceram. Soc. Bull.;*(United States), 1986. 65(10).
89. Hisbergues M, Vendeville S, Vendeville P. Zirconia: Established facts and perspectives for a biomaterial in dental implantology. *J Biomed Mater Res Part B: Applied Biomaterials*, 2009. 88(2): p. 519-529.
90. Ueda K, et al. Light transmittance by a multi-coloured zirconia material. *Dent Mater J*, 2015. 34(3): p. 310-314.
91. Rad, FAA, Succaria FG, Morgano SM. Fracture resistance of porcelain veneered zirconia crowns with exposed lingual zirconia for anterior teeth after thermal cycling: An in vitro study. *Saudi Dent J*, 2015. 27(2): p. 63-69.
92. Ha SR. Biomechanical three-dimensional finite element analysis of monolithic zirconia crown with different cement type. *J Adv Prosthodont*, 2015. 7(6): p. 475-483.
93. Carames J, et al. Clinical advantages and limitations of monolithic zirconia restorations full arch implant supported reconstruction: case series. *Int J Dent*, 2015. 2015.
94. Zhang F, et al. Highly-translucent, strong and aging-resistant 3Y-TZP ceramics for dental restoration by grain boundary segregation. *Acta biomaterialia*, 2015. 16: p. 215-222.
95. Chang JS, et al. Catastrophic failure of a monolithic zirconia prosthesis. *J Prosthet Dent*, 2015. 113(2): p. 86-90.
96. Rinke S, Fischer C. Range of indications for translucent zirconia modifications: clinical and technical aspects. *Quintessence Int*, 2013. 44(8).
97. Tuncel İ, Turp İ. Farklı İçerik Ve Kalınlıktaki Tam Seramik Restorasyonların Translütanlık Değerlerinin Karşılaştırılması. *J Dent Fac Ataturk Univ*, 2017 27(3): p. 124-129.
98. de Kok P, et al. Mechanical performance of implant-supported posterior crowns. *J Prosthet Dent*, 2015. 114(1): p. 59-66.
99. Zhang Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dent mater*, 2014. 30(10): p. 1195-1203.
100. Heuer A, et al. Stability of tetragonal ZrO₂ particles in ceramic matrices. *J Am. Ceram*, 1982. 65(12): p. 642-650.
101. Piwowarczyk A, Lauer H, Sorensen JA. The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. *Operative Dentistry-University Of Washington-*, 2005. 30(3): p. 382.

102. Guazzato M, et al. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dent mater*, 2004. 20(5): p. 449-456.
103. Alghazzawi TF, et al. Influence of low-temperature environmental exposure on the mechanical properties and structural stability of dental zirconia. *J Prosthodont: Implant, Esthetic and Reconstructive Dentistry*, 2012. 21(5): p. 363-369.
104. Stober T, et al. Enamel wear caused by monolithic zirconia crowns after 6 months of clinical use. *J Oral Rehabil*, 2014. 41(4): p. 314-322.
105. Preis V, et al. Wear performance of monolithic dental ceramics with different surface treatments. *Quintessence Int*, 2013. 44(5).
106. Park JH, et al. Antagonist wear of three CAD/CAM anatomic contour zirconia ceramics. *J Prosthet Dent*, 2014. 111(1): p. 20-29.
107. Lawson NC, et al. Wear of enamel opposing zirconia and lithium disilicate after adjustment, polishing and glazing. *J Dent*, 2014. 42(12): p. 1586-1591.
108. Stawarczyk B, et al. Three generations of zirconia: From veneered to monolithic. Part I. *Quintessence Int*, 2017. 48(5).
109. Camposilvan E, et al. Aging resistance, mechanical properties and translucency of different yttria-stabilized zirconia ceramics for monolithic dental crown applications. *Dent Mater*, 2018. 34(6): p. 879-890.
110. de Carvalho IHG, et al. Effect of finishing/polishing techniques and aging on topography, C. albicans adherence, and flexural strength of ultra-translucent zirconia: an in situ study. *Clin Oral Investig*, 2022: p. 1-12.
111. Zucuni CP, et al. Grinding the intaglio surface of yttria partially-and fully-stabilized zirconia polycrystals restorations: effect on their fatigue behavior. *J Mec Behav Biomed Mater*, 2020. 109: p. 103800.
112. Mao L, et al. Graded ultra-translucent zirconia (5Y-PSZ) for strength and functionalities. *J Dent Res*, 2018. 97(11): p. 1222-1228.
113. Hooshmand T, van Noort R, Keshvad A. Bond durability of the resin-bonded and silane treated ceramic surface. *Dent Mater*, 2002. 18(2): p. 179-188.
114. Awad MM, et al. Adhesive Bonding to Computer-aided Design/Computer-aided Manufacturing Esthetic Dental Materials: An Overview. *J Contemp Dent Prac*, 2017. 18(7): p. 622-626.
115. Vargas MA, Bergeron C, Diaz-Arnold A. Cementing all-ceramic restorations: recommendations for success. *J Am Dent Assoc*, 2011. 142: p. 20S-24S.
116. Wood D, et al. Preliminary investigation of a novel retentive system for hydrofluoric acid etch-resistant dental ceramics. *J Prosthet Dent*, 1997. 78(3): p. 275-280.
117. Chung KH, Hwang YC. Bonding strengths of porcelain repair systems with various surface treatments. *J Prosthet Dent*, 1997. 78(3): p. 267-274.
118. Kumbuloglu O, et al. Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasion methods. *Oper Dent*, 2006. 31(2): p. 248-255.
119. Bitter K, et al. In vitro evaluation of push-out bond strengths of various luting agents to tooth-colored posts. *J Prosthet Dent*, 2006. 95(4): p. 302-310.
120. Özcan M, Vallittu PK. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *Dent Mater*, 2003. 19(8): p. 725-731.
121. Kosmač T, et al. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dent Mater*, 1999. 15(6): p. 426-433.

122. Khan AA, et al. Recent trends in surface treatment methods for bonding composite cement to zirconia: a review. *J Adhes Dent*, 2017. 19(1): p. 7-19.
123. Jiang T, Chen C, Lv P. Selective infiltrated etching to surface treat zirconia using a modified glass agent. *J Adhes Dent*, 2014. 16(6): p. 553-7.
124. Derand T, Molin M, Kvam K. Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces. *Dent Mater*, 2005. 21(12): p. 1158-62.
125. Dérand P, Dérand T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. *Int J Prosthodont*, 2000. 13(2): p. 131-5.
126. Ersu B, et al. Surface roughness and bond strengths of glass-infiltrated alumina-ceramics prepared using various surface treatments. *J Dent*, 2009. 37(11): p. 848-856.
127. Spohr AM, et al. Surface modification of In-Ceram Zirconia ceramic by Nd: YAG laser, Rocatec system, or aluminum oxide sandblasting and its bond strength to a resin cement. *Photomedicine and laser surgery*, 2008. 26(3): p. 203-208.
128. Subaşı MG, İnan Ö. Evaluation of the topographical surface changes and roughness of zirconia after different surface treatments. *Lasers Med Sci*, 2012. 27: p. 735-742.
129. Fiedler S, et al. Machining of biocompatible ceramics with femtosecond laser pulses. *Biomedical Engineering/Biomedizinische Technik*, 2013. 58(SI-1-Track-C): p. 000010151520134093.
130. Da Silveira BL, et al. Micro-tensile bond strength between a resin cement and an aluminous ceramic treated with Nd: YAG laser, Rocatec System, or aluminum oxide sandblasting. *Photomedicine and laser surgery*, 2005. 23(6): p. 543-548.
131. Osorio E, et al. Effect of different surface treatments on In-Ceram Alumina roughness. An AFM study. *J Dent*, 2010. 38(2): p. 118-122.
132. Coluzzi DJ. Fundamentals of dental lasers: science and instruments. *Dent Clin North Am*, 2004. 48(4): p. 751-70, v.
133. Boj JR, et al. Laser soft tissue treatments for paediatric dental patients. *European Archives of Paediatric Dentistry (European Academy of Paediatric Dentistry)*, 2011. 12(2).
134. Aoki A, et al. Lasers in nonsurgical periodontal therapy. *Periodontology* 2000, 2004. 36(1): p. 59-97.
135. Frentzen M, Koort H. Lasers in dentistry: new possibilities with advancing laser technology? *Int Dent J*, 1990. 40(6): p. 323-332.
136. Dederich DN. Laser/tissue interaction: what happens to laser light when it strikes tissue? *J Am Dent Assoc* (1939), 1993. 124(2): p. 57-61.
137. Üstün Y, Özçelik O. The Use of Carbon Dioxide Laser in Oral Tissues. *ADO Journal of Clinical Sciences*, 2007. 1(4): p. 55-62.
138. Akpınar YZ, et al. Effect of femtosecond laser beam angle on bond strength of zirconia-resin cement. *Lasers Med Sci*, 2015. 30(8): p. 2123-8.
139. Vicente Prieto M, et al. The Effect of Femtosecond Laser Treatment on the Effectiveness of Resin-Zirconia Adhesive: An In Vitro Study. *J Lasers Med Sci*, 2016. 7(4): p. 214-219.
140. Sibbett W, Lagatsky AA, Brown CT. The development and application of femtosecond laser systems. *Opt Express*, 2012. 20(7): p. 6989-7001.
141. Vicente M, et al. Influence of cyclic loading on the adhesive effectiveness of resin-zirconia interface after femtosecond laser irradiation and conventional surface treatments. *Lasers Surg Med*, 2016. 48(1): p. 36-44.

142. Yamamuro Y, Shimoyama T, Yan J. Microscale surface patterning of zirconia by femtosecond pulsed laser irradiation. *Int J Precis Eng and Manuf-Green Technol*, 2022. 9(2): p. 619-632.
143. Matinlinna J, Lassila L, Vallittu P. The effect of a novel silane blend system on resin bond strength to silica-coated Ti substrate. *J Dent*, 2006. 34(7): p. 436-443.
144. Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M. Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler. *J Biomed Mater Research Part B: Applied Biomaterials: An Official Journal of The Society for Biomaterials, The Japanese Society for Biomaterials, and The Australian Society for Biomaterials and the Korean Society for Biomaterials*, 2006. 77(1): p. 28-33.
145. Yoshida K, Yamashita M, Atsuta M. Zirconate coupling agent for bonding resin luting cement to pure zirconium. *Am J Dent*, 2004. 17(4): p. 249-252.
146. Kern M. Resin bonding to oxide ceramics for dental restorations. *J Adhes Sci Technol*, 2009. 23(7-8): p. 1097-1111.
147. Matinlinna JP, et al. An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *Int J Prosthodont*, 2004. 17(2): p. 155-64.
148. Özcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent*, 2015. 17(1): p. 7-26.
149. Yun JY, et al. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. *Dent Mater*, 2010. 26(7): p. 650-8.
150. Tzanakakis EG, Tzoutzas IG, Koidis P. Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. *J Prosthet Dent*, 2016. 115(1): p. 9-19.
151. Della-Bona A. Characterizing ceramics and the interfacial adhesion to resin: II- the relationship of surface treatment, bond strength, interfacial toughness and fractography. *J Appl Oral Sci*, 2005. 13(2): p. 101-9.
152. Tian T, et al. Aspects of bonding between resin luting cements and glass ceramic materials. *Dent Mater*, 2014. 30(7): p. e147-62.
153. Heikkinen TT, et al. Effect of operating air pressure on tribochemical silica-coating. *Acta Odontol Scand*, 2007. 65(4): p. 241-8.
154. Shin YJ, et al. Evaluation of the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic after different surface treatments. *Scanning*, 2014. 36(5): p. 479-86.
155. Lung CY, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: an overview. *Dent Mater*, 2012. 28(5): p. 467-77.
156. Gbureck U, et al. Tribochemical structuring and coating of implant metal surfaces with titanium oxide and hydroxyapatite layers. *Mater Sci Eng: C*, 2003. 23(3): p. 461-465.
157. Janda R, et al. A new adhesive technology for all-ceramics. *Dent Mater*, 2003. 19(6): p. 567-73.
158. Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces - an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *J Oral Rehabil*, 2007. 34(8): p. 622-30.
159. The Glossary of Prosthodontic Terms: Ninth Edition. *J Prosthet Dent*, 2017. 117(5s): p. e1-e105.
160. Shillingburg HT, et al. Fundamentals of fixed prosthodontics. Vol. 194. 1997: Quintessence Publishing Co. Chicago, IL, USA.

161. Donovan T, Cho G. Contemporary evaluation of dental cements. *Compend Contin Educ Dent* (Jamesburg, NJ: 1995), 1999. 20(3): p. 197-9, 202.
162. Stamatacos C, Simon JF. Cementation of indirect restorations: an overview of resin cements. *Compend Contin Educ Dent*, 2013. 34(1): p. 42-4, 46.
163. Powers J, O'Keefe K. Cements: How to select the right one. *Dent Prod Rep*, 2005. 39: p. 76-78.
164. Jivraj SA, Kim TH, Donovan TE. Selection of luting agents, part 1. *J Calif Dent Assoc*, 2006. 34(2).
165. Noort RV. Introduction to dental materials. (No Title), 2002.
166. Gu XH, Kern M. Marginal discrepancies and leakage of all-ceramic crowns: influence of luting agents and aging conditions. *Int J Prosthodont*, 2003. 16(2).
167. El-Mowafy O. The use of resin cements in restorative dentistry to overcome retention problems. *Journal-Canadian Dental Association*, 2001. 67(2): p. 97-102.
168. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res*, 1982. 16(3): p. 265-273.
169. Bergmann P, Noack M, Roulet J. Marginal adaptation with glass-ceramic inlays adhesively luted with glycerine gel. *Quintessence Int*, 1991. 22(9): p. 739-44.
170. Burgess JO, et al. Self-adhesive resin cements. *J Esthet Restor Dent*, 2010. 22(6): p. 412-419.
171. Simon JF, Darnell LA. Considerations for proper selection of dental cements. *Compend Contin Educ Dent* (Jamesburg, NJ: 1995), 2012. 33(1): p. 28-30, 32, 34.
172. Rosensteil S, Land M, Fujimoto J. *Contemporary Fixed Prosthodontics* 4th ed St louis. 2006, Mosby.
173. Joynt R, et al. Effects of composite restorations on resistance to cuspal fracture in posterior teeth. *J Prosthet Dent*, 1987. 57(4): p. 431-435.
174. Van Meerbeek B, et al. The clinical performance of adhesives. *J Dent*, 1998. 26(1): p. 1-20.
175. Peumans M, et al. Porcelain veneers: a review of the literature. *J Dent*, 2000. 28(3): p. 163-177.
176. Simon J, De Rijk W. Dental cements. *Inside Dentistry*, 2006. 2(2): p. 42-47.
177. Albers, H.F., *Tooth-colored restoratives: principles and techniques*. 2002: PMPH-USA.
178. Hewlett E. Esthetic restorative materials In „Contemporary esthetic dentistry: Practice fundamentals“. Quintessence Pub Co Inc. Tokyo, 1994: p. 57-83.
179. De Munck, J, et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*, 2005. 84(2): p. 118-132.
180. D'Arcangelo C, et al. The influence of luting systems on the microtensile bond strength of dentin to indirect resin-based composite and ceramic restorations. *Oper Dent*, 2009. 34(3): p. 328-336.
181. Yang B, et al. Micro-tensile bond strength of three luting resins to human regional dentin. *Dent Mater*, 2006. 22(1): p. 45-56.
182. Pamato S, et al. Does hybridized dentin affect bond strength of self-adhesive resin cement? *J Clin Exp Dent*, 2016. 8(4): p. e409.
183. Frankenberger R, et al. Luting of ceramic inlays in vitro: marginal quality of self-etch and etch-and-rinse adhesives versus self-etch cements. *Dent Mater*, 2008. 24(2): p. 185-191.

184. Al-Dohan HM, et al. Shear strength of core-veneer interface in bi-layered ceramics. *J Prosthet Dent*, 2004. 91(4): p. 349-355.
185. Oilo G. Bond strength testing--what does it mean? *Int Dent J*, 1993. 43(5): p. 492-498.
186. Cardoso PE, Braga RR, Carrilho MR. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dent Mater*, 1998. 14(6): p. 394-398.
187. Chang JC, et al. Tensile bond strengths of dual-cured cements between a glass-ceramic and enamel. *J Prosthet Dent*, 1998. 79(5): p. 503-507.
188. Nikaido T, et al. Tensile bond strengths of resin cements to bovine dentin using resin coating. *Am J Dent*, 2003. 16: p. 41A-46A.
189. Poitevin A, et al. Critical analysis of the influence of different parameters on the microtensile bond strength of adhesives to dentin. *J Adhes Dent*, 2008. 10(1): p. 7-16.
190. Pashley DH, et al. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent*, 1999. 1(4): p. 299-309.
191. Joniot S, et al. Use of two surface analyzers to evaluate the surface roughness of four esthetic restorative materials after polishing. *Oper Dent*, 2006. 31(1): p. 39-46.
192. Bollenl CM, Lambrechts P, Quirynen M. Comparison of surface roughness of oral hard materials to the threshold surface roughness for bacterial plaque retention: a review of the literature. *Dent Mater*, 1997. 13(4): p. 258-269.
193. Reisner KR, Levitt HL, Mante F. Enamel preparation for orthodontic bonding: a comparison between the use of a sandblaster and current techniques. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*, 1997. 111(4): p. 366-373.
194. Ren YF, et al. Assessing fluoride treatment and resistance of dental enamel to soft drink erosion in vitro: applications of focus variation 3D scanning microscopy and stylus profilometry. *J Dent*, 2009. 37(3): p. 167-176.
195. Cehreli ZC, Lakshmipathy M, Yazici R. Effect of different splint removal techniques on the surface roughness of human enamel: a three-dimensional optical profilometry analysis. *Dental Traumatology*, 2008. 24(2): p. 177-182.
196. Ferreira FG, et al. Qualitative and quantitative evaluation of human dental enamel after bracket debonding: a noncontact three-dimensional optical profilometry analysis. *Clin Oral Investig*, 2014. 18: p. 1853-1864.
197. Cowan AJ, et al. The application of ESEM in dental materials research. *J Dent*, 1996. 24(5): p. 375-7.
198. Chapman SK. Working with a scanning electron microscope. 1986: Lodgemark.
199. Cengiz T, Mısırlıgil A, Aydın M. Tıp ve diş hekimliğinde genel ve özel mikrobiyoloji. Ankara: Güneş Kitabevi, 2004: p. 937-943.
200. Pittayachawan P. Comparative study of physical properties of zirconia based dental ceramics. 2009, UCL (University College London).
201. Deville S, et al. A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater: An Official Journal of The Society for Biomaterials, The Japanese Society for Biomaterials, and The Australian Society for Biomaterials and the Korean Society for Biomaterials*, 2005. 72(2): p. 239-245.
202. Kao H, et al. Surface machining of fine-grain Y-TZP. *J Eur Ceram*, 2000. 20(14-15): p. 2447-2455.

203. Woolfson MM. An introduction to X-ray crystallography. 1997: Cambridge University Press.
204. Garvie RC, Nicholson PS. Phase analysis in zirconia systems. *J Am Ceram*, 1972. 55(6): p. 303-305.
205. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *J Prosthet Dent*, 2003. 89(3): p. 268-74.
206. Blatz MB. Long-term clinical success of all-ceramic posterior restorations. *Quintessence Int*, 2002. 33(6): p. 415-26.
207. Guess PC, et al. Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. *Dent mater*, 2008. 24(11): p. 1556-1567.
208. Matsuzaki F, et al. Translucency and flexural strength of monolithic translucent zirconia and porcelain-layered zirconia. *Dent mater*, 2015. 34(6): p. 910-917.
209. Pihlaja J, Näpänkangas R, Raustia A. Outcome of zirconia partial fixed dental prostheses made by predoctoral dental students: A clinical retrospective study after 3 to 7 years of clinical service. *J Prosthet Dent*, 2016. 116(1): p. 40-46.
210. Nakamura K, et al. Fracture resistance of monolithic zirconia molar crowns with reduced thickness. *Acta Odontol Scand*, 2015. 73(8): p. 602-8.
211. Vichi A, et al. Translucency of ceramic materials for CEREC CAD/CAM system. *J Esthet Restor Dent*, 2014. 26(4): p. 224-231.
212. Johansson C, et al. Fracture strength of monolithic all-ceramic crowns made of high translucent yttrium oxide-stabilized zirconium dioxide compared to porcelain-veneered crowns and lithium disilicate crowns. *Acta Odontologica Scandinavica*, 2014. 72(2): p. 145-153.
213. Xie H, et al. Comparison of resin bonding improvements to zirconia between one-bottle universal adhesives and tribochemical silica coating, which is better? *Dent mater*, 2016. 32(3): p. 403-411.
214. Shen D, et al. The Effect of Surface Treatments on Zirconia Bond Strength and Durability. *J Funct Biomater*, 2023. 14(2): p. 89.
215. Liu X, et al. Investigating the shear bond strength of five resin-based luting agents to zirconia ceramics. *J Oral Sci*, 2020. 62(1): p. 84-88.
216. Monaco C, et al. Microstructural changes produced by abrading Y-TZP in presintered and sintered conditions. *J Dent*, 2013. 41(2): p. 121-126.
217. Gupta T. Strengthening by surface damage in metastable tetragonal zirconia. 1980.
218. Green DJ. A technique for introducing surface compression into zirconia ceramics. *J Am Ceram*, 1983. 66(10): p. c178-c179.
219. Xu HH, Jahanmir S, Ives LK. Effect of grinding on strength of tetragonal zirconia and zirconia-toughened alumina. *Mach Sci Technol*, 1997. 1(1): p. 49-66.
220. Xible AA, et al. Effect of silica coating and silanization on flexural and composite-resin bond strengths of zirconia posts: An in vitro study. *J Prosthet Dent*, 2006. 95(3): p. 224-229.
221. Burke FJ, et al. Are adhesive technologies needed to support ceramics? An assessment of the current evidence. *J Adhes Dent*, 2002. 4(1): p. 7-22.
222. Erdem A, et al. Effects of different surface treatments on bond strength between resin cements and zirconia ceramics. *Oper Dent*, 2014. 39(3): p. E118-27.

223. Borges GA, et al. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent*, 2003. 89(5): p. 479-88.
224. Kern M, Thompson VP. Sandblasting and silica coating of a glass-infiltrated alumina ceramic: volume loss, morphology, and changes in the surface composition. *J Prosthet Dent*, 1994. 71(5): p. 453-461.
225. Ozcan M, Vallittu P. Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics. *J Dent Res*, 2002.
226. Amaral R, et al. Effect of conditioning methods on the microtensile bond strength of phosphate monomer-based cement on zirconia ceramic in dry and aged conditions. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2008. 85(1): p. 1-9.
227. Mahmoodi N, et al. Effect of sandblasting, silica coating, and laser treatment on the microtensile bond strength of a dental zirconia ceramic to resin cements. *Lasers Med Sci*, 2016. 31(2): p. 205-11.
228. Ramos-Tonello CM, et al. *Pre-sintered Y-TZP sandblasting: effect on surface roughness, phase transformation, and Y-TZP/veneer bond strength*. *J Appl Oral Sci*, 2017. 25(6): p. 666-673.
229. Moon JE, et al. The effect of preparation order on the crystal structure of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. *Dent Mater*, 2011. 27(7): p. 651-663.
230. Ebeid K, et al. Evaluation of surface treatments of monolithic zirconia in different sintering stages. *J Prosthodont Res*, 2018. 62(2): p. 210-217.
231. Yilmaz AD, Okutan Y. Effect of air-abrasion at pre-and/or post-sintered stage and hydrothermal aging on surface roughness, phase transformation, and flexural strength of multilayered monolithic zirconia. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater*, 2021. 109(4): p. 606-616.
232. Okutan Y, et al. Combined application of femtosecond laser and air-abrasion protocols to monolithic zirconia at different sintering stages: Effects on surface roughness and resin bond strength. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater*, 2021. 109(4): p. 596-605.
233. Goldstein JI, et al. *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*. 2017: Springer.
234. Field J, Waterhouse P, German M. Quantifying and qualifying surface changes on dental hard tissues in vitro. *J Dent*, 2010. 38(3): p. 182-190.
235. Kara O, et al. Effect of various lasers on the bond strength of two zirconia ceramics. *Photomed Laser Surg*, 2015. 33(2): p. 69-76.
236. Yucel MT, et al. Effect of femtosecond laser beam angle and formed shape on surface roughness and shear bond strength between zirconia and resin cement. *J Adhes Sci Technol*, 2018. 32(12): p. 1265-1277.
237. Delgado-Ruiz R, et al. Femtosecond laser microstructuring of zirconia dental implants. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater*, 2011. 96(1): p. 91-100.
238. García-Sanz V, et al. Femtosecond laser settings for optimal bracket bonding to zirconia. *Lasers Med Sci*, 2019. 34: p. 297-304.
239. Kakehata M, Yashiro H. Laser induced periodic surface structures on Yttria-stabilized Zirconia ceramics formed by time-dependent polarization pulses. in *International Conference on Ultrafast Phenomena*. 2020. *J Opt Soc Am*.
240. Han J, et al. Laser surface texturing of zirconia-based ceramics for dental applications: A review. *Mater Sci Eng: C*, 2021. 123: p. 112034.

241. Garcia-Sanz V, et al. The effects of lasers on bond strength to ceramic materials: a systematic review and meta-analysis. *PloS one*, 2018. **13**(1): p. e0190736.
242. Li Q, Li C, Wang Y. Effect of femtosecond laser ablate ultra-fine microgrooves on surface properties of dental zirconia materials. *J Mech Behav Biomed Mater*, 2022. **134**: p. 105361.
243. Inokoshi M, et al. Preliminary Study on the Optimization of Femtosecond Laser Treatment on the Surface Morphology of Lithium Disilicate Glass-Ceramics and Highly Translucent Zirconia Ceramics. *Materials (Basel)*, 2022. **15**(10).
244. Yeğin E, et al. Effect of femtosecond laser zirconia surface treatment on cement shear bond strength. *J Adhes Sci Technol*, 2022. **36**(18): p. 1951-1963.
245. Li W, et al. Fatigue behavior of zirconia with microgrooved surfaces produced using femtosecond laser. *Lasers Med Sci*, 2023. **38**(1): p. 33.
246. Delgado-Ruiz RA, et al. Femtosecond laser microstructuring of zirconia dental implants. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2011. **96**(1): p. 91-100.
247. Blatz MB, et al. Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence Int*, 2007. **38**(9): p. 745-53.
248. Cheung GC, Botelho MG, Matinlinna JP. Effect of surface treatments of zirconia ceramics on the bond strength to resin cement. *J Adhes Dent*, 2014. **16**(1): p. 49-56.
249. Ernst CP, et al. In vitro retentive strength of zirconium oxide ceramic crowns using different luting agents. *J Prosthet Dent*, 2005. **93**(6): p. 551-8.
250. Ozturk N, Aykent F. Dentin bond strengths of two ceramic inlay systems after cementation with three different techniques and one bonding system. *J Prosthet Dent*, 2003. **89**(3): p. 275-81.
251. Casucci A, et al. Microtensile bond strength evaluation of self-adhesive resin cement to zirconia ceramic after different pre-treatments. *Am J Dent*, 2012. **25**(5): p. 269-75.
252. White SN, et al. Flexural strength of a layered zirconia and porcelain dental all-ceramic system. *J Prosthet Dent*, 2005. **94**(2): p. 125-31.
253. Rohr N, et al. Influence of cement type and ceramic primer on retention of polymer-infiltrated ceramic crowns to a one-piece zirconia implant. *J Prosthet Dent*, 2018. **119**(1): p. 138-145.
254. Llerena-Icochea AE, et al. Bonding Polycrystalline Zirconia With 10-MDP-containing Adhesives. *Oper Dent*, 2017. **42**(3): p. 335-341.
255. de Souza G, et al. The use of MDP-based materials for bonding to zirconia. *J Prosthet Dent*, 2014. **112**(4): p. 895-902.
256. Chagas PC, Bastos LGC. Bonding of resin cements to zirconia. *J Dent Implant*, 2015. **5**(1): p. 43.
257. Manso AP, Carvalho RM. Dental cements for luting and bonding restorations: self-adhesive resin cements. *Dental Clinics*, 2017. **61**(4): p. 821-834.
258. Garcia IM, et al. Bonding of Resin Cements to Ultra-Translucent Zirconia After Aging for 24 Hours and 1 Year. *Int J Prosthodont*, 2022. **35**(4): p. 460-468.
259. Tagami A, et al. The effect of curing conditions on the dentin bond strength of two dual-cure resin cements. *J Prosthodont Res*, 2017. **61**(4): p. 412-418.
260. Nagaoka N, et al. Ultrastructure and bonding properties of tribochemical silica-coated zirconia. *Dent Mater J*, 2019. **38**(1): p. 107-113.

261. Martins SB, et al. Does airborne-particle abrasion before, rather than after, zirconia sintering lead to higher mechanical strength even under aging challenge? *J Prosthet Dent*, 2020. 123(1): p. 155-162.
262. Sudsangiam S, van Noort R. Do dentin bond strength tests serve a useful purpose. *J Adhes Dent*, 1999. 1(1): p. 57-67.
263. Powers JM, Sakaguchi RL. *Craig's restorative dental materials*. 2006: Mosby Elsevier.
264. McDonough WG, et al. A microshear test to measure bond strengths of dentin–polymer interfaces. *Biomaterials*, 2002. 23(17): p. 3603-3608.
265. Van Meerbeek B, et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater*, 2010. 26(2): p. e100-21.
266. Feitosa SA, et al. Effect of cleansing methods on saliva-contaminated zirconia—an evaluation of resin bond durability. *Oper Dent*, 2015. 40(2): p. 163-71.
267. Yucel MT, et al. Effect of different surface treatments on the shear bond strength of resin cement to zirconia ceramic and metal alloy. *J Adhes Sci Technol*, 2018. 32(20): p. 2232-2243.
268. Abraham A, et al. Effect of Ti: Sapphire and Nd: YAG Lasers on Shear Bond Strength at the Zirconia - Veneering Ceramic Junction. *J Lasers Med Sci*, 2021. 12: p. e71.
269. Erdur EA, Basciftci FA. Effect of Ti:sapphire laser on shear bond strength of orthodontic brackets to ceramic surfaces. *Lasers Surg Med*, 2015. 47(6): p. 512-9.
270. García-Sanz V, et al. Effects of femtosecond laser and other surface treatments on the bond strength of metallic and ceramic orthodontic brackets to zirconia. *PLoS One*, 2017. 12(10): p. e0186796.
271. Yilmaz-Savas T, et al. Effect of Different Surface Treatments on the Bond Strength of Lithium Disilicate Ceramic to the Zirconia Core. *Photomed Laser Surg*, 2016. 34(6): p. 236-43.
272. Komine F, et al. Effect of cooling rate on shear bond strength of veneering porcelain to a zirconia ceramic material. *J Oral Sci*, 2010. 52(4): p. 647-652.
273. Akpinar YZ, et al. Effect of different surface shapes formed by femtosecond laser on zirconia-resin cement shear bond strength. *J Adhes Sci Technol*, 2015. 29(3): p. 149-157.
274. Rethfeld B, et al. Timescales in the response of materials to femtosecond laser excitation. *Applied Physics A*, 2004. 79: p. 767-769.
275. García-Sanz V, et al. Femtosecond laser settings for optimal bracket bonding to zirconia. *Lasers Med Sci*, 2019. 34(2): p. 297-304.
276. Tzanakakis EC, et al. Novel Femto Laser Patterning of High Translucent Zirconia as an Alternative to Conventional Particle Abrasion. *Dent J (Basel)*, 2021. 9(2).
277. Tzanakakis E, et al. Surface characterization of monolithic zirconia submitted to different surface treatments applying optical interferometry and raman spectrometry. *Dent Mater J*, 2020. 39(1): p. 111-117.
278. Cullity BD. *Elements of X-ray Diffraction*. 1956: Addison-Wesley Publishing.
279. Souza RO, et al. Air-particle abrasion on zirconia ceramic using different protocols: effects on biaxial flexural strength after cyclic loading, phase transformation and surface topography. *J Mech Behav Biomed Mater*, 2013. 26: p. 155-63.

280. Karakoca S, Yılmaz H. Influence of surface treatments on surface roughness, phase transformation, and biaxial flexural strength of Y-TZP ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2009. 91(2): p. 930-937.
281. Zhang Y, et al. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 2004. 71(2): p. 381-6.
282. Okutan Y, Yucel MT. Effect of surface treatments and aging on phase transformation and flexural strength of different Y-TZP ceramics. *Int J Appl Ceram*, 2019. 16(4): p. 1425-1440.
283. Khan AA, et al. Recent Trends in Surface Treatment Methods for Bonding Composite Cement to Zirconia: A Reveiw. *J Adhes Dent*, 2017. 19(1): p. 7-19.
284. Yamaguchi H, et al. Examination of bond strength and mechanical properties of Y-TZP zirconia ceramics with different surface modifications. *Dent Mater J*, 2012. 31(3): p. 472-80.
285. Moon JE, et al. Effects of airborne-particle abrasion protocol choice on the surface characteristics of monolithic zirconia materials and the shear bond strength of resin cement. *Ceram Int*, 2016. 42(1): p. 1552-1562.
286. Liu D, et al. A new modified laser pretreatment for porcelain zirconia bonding. *Dent Mater*, 2013. 29(5): p. 559-565.
287. Passos SP, et al. The effect of air-abrasion and heat treatment on the fracture behavior of Y-TZP. *Dent Mater*, 2015. 31(9): p. 1011-1021.
288. Garcia Fonseca R, et al. Effect of particle size on the flexural strength and phase transformation of an airborne-particle abraded yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal ceramic. *J Prosthet Dent*, 2013. 110(6): p. 510-4.
289. Turp V, et al. Evaluation of air-particle abrasion of Y-TZP with different particles using microstructural analysis. *Aust Dent J*, 2013. 58(2): p. 183-91.
290. Sato H, et al. Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment. *Dent Mater*, 2008. 27(3): p. 408-414.
291. Kosmac T, et al. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. *J Biomed Mater Res*, 2000. 53(4): p. 304-13.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı	Elif	Uyruğu	
Soyadı	Yılmaz	Tel no	
Doğum tarihi		e-posta	

Eğitim Bilgileri

Mezun olduğu kurum		Mezuniyet yılı
Lise		
Lisans/Yüksek Lisans		
Doktora		

İş Deneyimi

Görevi	Kurum	Süre (yıl-yıl)

Yabancı Dilleri	Sınav türü	Puanı
İngilizce		

Proje Deneyimi

Proje Adı	Destekleyen kurum	Süre (Yıl-Yıl)

Burslar-Ödüller:

Yayınlar ve Bildiriler: