

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI**

**SOY OLMAYAN DENTAL ALAŞIMLARA UYGULANAN
FARKLI YÜZEY KAPLAMA MATERYALLERİNİN
YÜZEY ÖZELLİKLERİNE VE MİKROBİYAL
YAPIŞMAYA ETKİSİ
(Doktora Tezi)**

**Hazırlayan
Özlem ÇÖLGEÇEN**

**Danışman
Prof. Dr. Bülent KESİM**

**Bu çalışma; Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından
TSD-08-605 kodlu proje ile desteklenmiştir.**

**Haziran 2011
KAYSERİ**

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK

Bu çalışmadaki tüm bilgilerin, akademik ve etik kurallara uygun bir şekilde elde edildiğini beyan ederim. Aynı zamanda bu kural ve davranışların gerektirdiği gibi, bu çalışmanın özünde olmayan tüm materyal ve sonuçları tam olarak aktardığımı ve referans gösterdiğimi belirtirim.

Adı-Soyadı: Özlem Çölgeçen

İmza:

“Soy Olmayan Dental Alařımlara Uygulanan Farklı Yüzey Kaplama Materyallerinin Yüzey Özelliklerine ve Mikrobiyal Yapıřmaya Etkisi” adlı Doktora tezi, Erciyes Üniversitesi Lisansüstü Tez Önerisi ve Tez Yazma Yönergesi’ne uygun olarak hazırlanmıřtır.

Tezi Hazırlayan
Özlem ÇÖLGEÇEN

Danıřman
Prof. Dr. Bülent KESİM

Protetik Diř Tedavisi ABD Bařkanı
Yrd. Doç. Dr. Mustafa ZORTUK

Prof. Dr. Bülent KESİM danışmanlığında Özlem ÇÖLGEÇEN tarafından hazırlanan “Soy Olmayan Dental Alaşımlara Uygulanan Farklı Yüzey Kaplama Materyallerinin Yüzey Özelliklerine ve Mikrobiyal Yapışmaya Etkisi” adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalında **Doktora Tezi** olarak kabul edilmiştir.

08 / 06 / 2011

JÜRİ**İmza**

Başkan : Prof. Dr. Nur HERSEK
Üye : Prof. Dr. Bülent KESİM (Danışman)
Üye : Yrd. Doç. Dr. Mustafa ZORTUK
Üye : Yrd. Doç. Dr. Ayşegül GÜLERYÜZ GÜRBULAK
Üye : Yrd. Doç. Dr. Kerem KILIÇ

ONAY

Bu tezin kabulü Enstitü Yönetim Kurulununtarih ve sayılı kararı ile onaylanmıştır.

...../...../.....

Enstitü Müdürü
Prof. Dr. Saim ÖZDAMAR

TEŞEKKÜR

Doktora öğrenimim süresince değerli bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım, akademisyenliği ve kişisel duruşuyla bana örnek olan, desteğini ve yardımlarını esirgemeyen tez danışmanım Sayın Prof. Dr. Bülent KESİM' e,

Tez çalışmamdaki büyük ilgi ve katkılarından dolayı Sayın Yrd. Doç. Dr. Eyüp Sabri TOPAL' a, PVD kaplamaların ve yapışma testlerinin gerçekleştirilmesini sağlayan Sayın Yrd. Doç. Dr. Şengül DANIŞMAN ve Sayın Yrd. Doç. Dr. Soner SAVAŞ' a, Sol-jel kaplamaların üretilmesi ve uygulanmasını sağlayan Sayın Prof. Dr. Ertuğrul ARPAÇ ve ekibindeki asistan arkadaşlara, altın kaplama işlemindeki katkılarından dolayı Gramm-dental firmasına, bakteri süşunun teminindeki yardımlarından dolayı Sayın Doç. Dr. Ataç UZEL' e, bakteri adezyon deneylerinin gerçekleşmesinde yardımlarını esirgemeyen Sayın Yrd. Doç. Dr. Seçil ABAY ve Sayın Prof. Dr. Fuat AYDIN' a,

Doktora öğrenimime katkıda bulunan, destek ve güler yüzlerini hiçbir zaman esirgemeyen Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalındaki tüm öğretim üyelerine,

Doktora öğrenimim süresince omuz omuza çalıştığımız ve dostluklarını esirgemeyen sevgili asistan arkadaşlarıma,

Doktora öğrenimim sırasındaki maddi desteğinden dolayı TÜBİTAK BİDEB' e,

Hayatım boyunca benim için maddi ve manevi her türlü fedakârlığı gösteren sevgili annem Ayşe Nilgün ALAN ve babam Hilmi ALAN' a,

Desteğini ve sevgisini her zaman yanımda hissettiğim sevgili eşim Murat ÇÖLGEÇEN' e yürekten teşekkür ederim.

Özlem ÇÖLGEÇEN
Kayseri-Haziran 2011

**SOY OLMAYAN DENTAL ALAŞIMLARA UYGULANAN FARKLI YÜZEY
KAPLAMA MATERYALLERİNİN YÜZEY ÖZELLİKLERİNE VE
MİKROBİYAL YAPIŞMAYA ETKİSİ**

Özlem ÇÖLGEÇEN
Erciyes Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü
Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı
Doktora Tezi, Haziran 2011
Danışman: Prof. Dr. Bülent KESİM

KISA ÖZET

Bu çalışmanın amacı, nikel krom (Ni-Cr) dental alaşımı yüzeyine uygulanan çeşitli kaplama malzemelerinin, yüzey pürüzlülüğü ve Streptococcus mutans (S.mutans) bakteri adezyonuna etkilerini incelemek ve kaplama malzemelerinin alaşıma yapışma kuvvetlerini değerlendirmektir. Çalışmada 90 adet disk şeklinde Ni-Cr alaşımı örnek hazırlandı ve altı eş gruba ayrıldı (n=15). Bu gruplardan beşine sırasıyla elektrolitik kaplama yöntemi ile altın kaplama, fiziksel buhar biriktirme kaplama yöntemi ile titanyum nitrür (TiN) ve titanyum alüminyum nitrür (TiAlN) kaplama, sol jel kaplama yöntemi ile camsı ve gümüş katkılı camsı (Ag-camsı) kaplama malzemeleri uygulandı. Diğer gruba kaplama uygulanmayarak kontrol grubu olarak kullanıldı. Kaplama işlemi öncesi ve sonrası yüzey pürüzlülüğü ölçümleri yapılarak grup içi ve gruplar arası değerlendirmeler yapıldı. Tarayıcı elektron mikroskop görüntüleri yardımıyla her grupta yüzey topografisi incelendi. S.mutans bakterisinin deney örneklerine yapışma miktarı koloni sayım yöntemi kullanılarak değerlendirildi ve gruplar arası karşılaştırmalar yapıldı. Kaplama grupları üzerinde çizik testi uygulaması ile kaplamanın alaşıma bağlanma kuvveti belirlendi. Çalışmadan elde edilen sonuçlara göre; grup içi karşılaştırmalarda yüzey pürüzlülüğü açısından altın kaplamada anlamlı bir azalma, diğer gruplarda ise artış belirlendi. Gruplar arası karşılaştırmada ise deney grupları arasında pürüzlülük açısından farklılık bulunmadı. Tüm gruplar arasında en az bakteri adezyon miktarı Ag-camsı kaplama grubunda tespit edildi. Ayrıca altın, TiAlN ve camsı kaplama gruplarının Ni-Cr alaşımından anlamlı derecede daha az bakteri adezyonu sağladığı belirlendi. TiN kaplama ile Ni-Cr alaşımı arasındaki fark ise anlamlı bulunmadı. Çizik testinde en yüksek yapışma kuvveti altın kaplama, en düşük yapışma kuvvetleri ise camsı ve Ag-camsı kaplama gruplarında elde edildi.

Bu in vitro çalışmanın sınırları dâhilinde kullanılan yüzey kaplama malzemelerinin bazıları ile bakteriyel adezyon açısından olumlu sonuçlar elde edilmiştir. Ancak bu malzemelerin güvenli bir şekilde kullanılabilmesi için daha ileri çalışmalar yapılması gerekmektedir.

Anahtar kelimeler: Dental alaşım; yüzey kaplamaları; Streptococcus mutans; bakteriyel adezyon

**THE EFFECT OF DIFFERENT SURFACE COATING MATERIALS APPLIED
TO NON-NOBLE DENTAL ALLOYS ON SURFACE CHARACTERISTICS
AND MICROBIAL ADHERENCE**

Özlem ÇÖLGEÇEN

Erciyes University, Graduate School of Health Sciences

Department of Prosthetic Dentistry

Ph.D. Thesis, June 2011

Supervisor: Prof.Dr. Bülent KESİM

ABSTRACT

The aim of this study is to investigate effects of various surface coating materials applied on nickel chromium (Ni-Cr) dental alloy surface on surface roughness and Streptococcus mutans (S.mutans) adhesion and to evaluate adhesion forces of coating materials to alloy. In this study, a total of 90 disc-shaped specimens were prepared and divided into six equal groups (n=15). On the five of these groups were applied gold coating by electrolytic coating technique, titanium nitride (TiN) and titanium aluminum nitride (TiAlN) coatings via physical vapor deposition coating technique, glassy and silver doped glassy coatings (Ag-glassy) via sol gel coating technique, respectively. Uncoated other group was used as the control group. Before and after coating process, surface roughness of specimens were measured and then intra-group and inter-groups comparisons were made. Surface topography was investigated by scanning electron microscopy. Amount of S. mutans adhesion on specimens were evaluated by colony-counting method and then inter-groups comparisons were made. Adhesion forces of coating materials to alloy were determined via scratch test. According to results of this study; in intra-group comparisons, surface roughness of gold coated group was decreased, but it was increased in the other groups. There was no statistical difference among groups in inter-group comparisons. The least amount of bacterial adhesion was determined in the Ag-glassy coating group. Additionally, it was determined that gold, TiAlN and glassy coating groups have significantly less bacterial adhesion than the control group. The difference between the TiN coating group and control group was not found statically significant. In the result of scratch test, the highest adhesion forces to alloy were determined in the gold coating group. The lowest adhesion forces were observed in the glassy and Ag-glassy coating groups. Within limits of this study, some of surface coating materials used in this study has provided positive results in bacterial adhesion. However, further studies are needed for safely using of these coating materials in the mouth.

Key words: Dental alloy; surface coatings; Streptococcus mutans; bacterial adhesion

İÇİNDEKİLER

SOY OLMAYAN DENTAL ALAŞIMLARA UYGULANAN FARKLI YÜZEY KAPLAMA MATERYALLERİNİN YÜZEY ÖZELLİKLERİNE VE MİKROBİYAL YAPIŞMAYA ETKİSİ

	<u>Sayfa no</u>
İÇ KAPAK	i
BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK SAYFASI	ii
YÖNERGEYE UYGUNLUK SAYFASI	iii
KABUL ONAY SAYFASI	iv
TEŞEKKÜR	v
ÖZET	vi
ABSTRACT	vii
İÇİNDEKİLER	viii
KISALTMALAR VE SİMGELER	xiii
TABLolar LİSTESİ	xv
ŞEKİLLER LİSTESİ	xvi
1.GİRİŞ VE AMAÇ	1
2.GENEL BİLGİLER	3
2.1. DENTAL ALAŞIMLAR.....	3
2.1.1. Dental Alaşımın Tarihsel Gelişimi.....	3
2.1.2. Dental Alaşımın Sınıflandırılması	4
2.1.3. Sabit Protezlerde Kullanılan Alaşım lar.....	5
2.1.3.1. Soy Alaşım lar	5
2.1.3.2. Soy Olmayan Alaşım lar	6
2.1.3.2.1. Nikel-Krom Alaşım ları.....	7
2.1.3.2.2. Kobalt-Krom Alaşım ları.....	8
2.1.3.2.3. Titanyum Alaşım ları.....	8
2.1.3.3. Soy Olmayan Alaşım lar da Biyolojik Etkiler	8
2.2. DENTAL PLAK	9
2.2.1.Dental Plağın Oluşum Evreleri	10
2.2.1.1.Pelikül Oluşumu.....	10

	<u>Sayfa no</u>
2.2.1.2. Erken Plak Oluşumu.....	11
2.2.1.3. Plağın olgunlaşması.....	12
2.3. STREPTOKOKLAR	12
2.3.1. Genel Bilgiler	12
2.3.2. Oral Streptokoklar	12
2.3.2.1. Streptococcus Mutans	13
2.4. BAKTERİYEL ADEZYON	14
2.4.1. Oral Yüzeyle Bakteriyel Adezyonun Moleküler Mekanizması	15
2.4.2. Bakteriyel Adezyonu Etkileyen Faktörler	15
2.4.2.1. Bakterinin Cinsi	15
2.4.2.2. Bakterinin Yüzey Enerjisi ve Elektrik Yükü.....	16
2.4.2.3. Malzemenin Yüzey Enerjisi ve Elektrik Yükü.....	16
2.4.2.4. Malzemenin Cinsi	17
2.4.2.5. Yüzey Pürüzlülüğü	17
2.4.2.6. Genel Çevresel Faktörler.....	18
2.5. İN VİTRO ORTAMDA BAKTERİ ADEZYONUNUN İNCELENMESİ	18
2.5.1. Bakterilerin Seçimi	18
2.5.2. Besi Yerlerinin Kullanımı	18
2.5.3. Besi Yerine Ekim Yapılması.....	20
2.5.4. Bakteriyel Adezyonun Sağlanması.....	20
2.5.5. Bakterilerin Uzaklaştırılması.....	21
2.5.6. Bakterilerin Sayımında Kullanılan Yöntemler	21
2.5.6.1. Mikroskobik Sayım Yöntemleri	21
2.5.6.2. Koloni Sayım Yöntemi	22
2.5.6.3. Radyoaktif İşaretleme Yöntemi	23
2.5.6.4. Dolaylı Sayım Yöntemleri	23
2.6. YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ	24
2.6.1. Genel Bilgiler	24
2.6.2. Yüzey Pürüzlülüğü Ölçüm Yöntemleri.....	24
2.6.2.1. Profilometre Analizleri	24
2.6.2.2. Mikroskobik Değerlendirme Yöntemleri	25

	<u>Sayfa no</u>
2.7. YÜZEY KAPLAMA TEKNOLOJİLERİ	25
2.7.1. Genel Bilgiler	25
2.7.2. Yüzey kaplama yöntemlerinin sınıflandırılması.....	27
2.8. ÇALIŞMADA KULLANILAN YÜZEY KAPLAMA YÖNTEMLERİ.....	29
2.8.1. Elektrolitik Kaplama Yöntemi.....	29
2.8.1.1. Genel Bilgiler	29
2.8.1.2. Elektrolitik Kaplama Yönteminin Teknik Özellikleri	30
2.8.1.3. Elektrolitik Kaplama Yönteminin Avantaj ve Dezavantajları	31
2.8.1.4. Elektrolitik Kaplamanın Dış Hekimliğinde Kullanımı	32
2.8.2. Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemi	33
2.8.2.1. Genel Bilgiler	33
2.8.2.2. PVD Kaplama Yönteminin Teknik Özellikleri.....	34
2.8.2.3. PVD Kaplama Yönteminin Avantaj ve Dezavantajları	37
2.8.2.4. PVD Kaplama Malzemeleri ve Genel Kullanım Alanları	38
2.8.2.4.1. TiN Kaplama.....	39
2.8.2.4.2 TiAlN Kaplama.....	39
2.8.3. Sol-Jel Yöntemi.....	40
2.8.3.3.1. Genel Bilgiler	40
2.8.3.3.2. Sol Jel Kaplama Yönteminin Teknik Özellikleri	41
2.8.3.3.3. Sol Jel Yöntemiyle Camsı Yapıların Sentezlenmesi	44
2.8.3.3.4. Sol Jel Kaplama Teknikleri.....	44
2.8.3.3.5. Sol Jel Kaplama Yönteminin Avantaj ve Dezavantajları.....	47
2.8.3.3.6. Dış Hekimliğinde Sol Jel Uygulamaları	48

	<u>Sayfa no</u>
2.9. ANTİ-BAKTERİYEL KAPLAMA UYGULAMALARI	48
2.9.1. Gümüşün Bakteriler Üzerindeki Etkisi	49
2.10. YÜZEY KAPLAMALARINDA YAPIŞMA KUVVETİNİN	
İNCELENMESİ	50
2.10.1. Çizik Testi.....	50
3. GEREÇ VE YÖNTEM	53
3.1. ÖRNEK SAYISININ BELİRLENMESİ.....	53
3.2. DENEY ÖRNEKLERİNİN HAZIRLANMASI	54
3.2.1. Döküm İşlemi İçin Mum Örneklerin Hazırlanması.....	54
3.2.2. Örneklerin Döküm İşlemi.....	55
3.2.3. Örnek Yüzeylerinin Parlatılması	56
3.3. DENEY GRUPLARININ OLUŞTURULMASI	58
3.4. KAPLAMA İŞLEMİ ÖNCESİ YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ	
ÖLÇÜMÜ	59
3.5. YÜZEY KAPLAMA İŞLEMLERİNİN UYGULANMASI	60
3.5.1. Elektrolitik Kaplama Yöntemiyle Altın Kaplama Uygulaması	60
3.5.2. PVD Yöntemiyle TiN ve TiAlN Kaplamaların Uygulanması	63
3.5.3. Sol-Jel Yöntemiyle Camsı ve Ag-camsı Kaplamaların	
Uygulanması.....	66
3.5.3.1. Kaplama Çözeltilerinin Hazırlanması	66
3.5.3.1.1. Camsı Kaplama Çözeltisinin Hazırlanması	66
3.5.3.1.2. Gümüş Katkılı Camsı Kaplama Çözeltisinin	
Hazırlanması	68
3.5.3.2. Örnek Yüzeylerinin Temizlenmesi	69
3.5.3.3. Örnek Yüzeylerinin Kaplanması	69
3.6. KAPLAMA İŞLEMİ SONRASI YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜNÜN	
ÖLÇÜMÜ	71
3.7. BAKTERİYEL ADEZYON DENEYİNİN UYGULANMASI.....	71
3.7.1. Tükürük Örneklerinin Toplanması	71
3.7.2. Besi Yerinin Hazırlanması	73

Sayfa no

3.7.3. Bakteri Süspansiyonunun Hazırlanması	74
3.7.4. Örnek Yüzeylerinde Pelikül Tabakasının Oluşturulması	75
3.7.5. Örnek Yüzeylerine S.mutans Bakteri Adezyonunun Sağlanması	75
3.7.6. Örnek Yüzeyine Yapışan Bakterilerin Sıvı Ortama Aktarılması	77
3.7.7. Mikrodilüsyon ve Koloni Sayımı	78
3.8. KAPLAMA GRUPLARI ÜZERİNDE ÇİZİK TESTİNİN UYGULANMASI	80
3.9. SEM GÖRÜNTÜLERİNİN ELDE EDİLMESİ	82
3.10. İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMENİN YAPILMASI	82
4. BULGULAR.....	84
4.1. YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ ÖLÇÜM BULGULARI	84
4.1.1. Kaplama İşlemi Öncesi Yüzey Pürüzlülüğünün Değerlendirilmesi	84
4.1.2. Kaplama İşlemi Sonrası Yüzey Pürüzlülüğünün Değerlendirilmesi	86
4.1.2.1. Yüzey Pürüzlülüğündeki Değişimin Grup İçi Karşılaştırması.....	87
4.1.2.2. Yüzey Pürüzlülüğündeki Farklılığın Gruplar Arası Karşılaştırılması.....	88
4.2. BAKTERİ ADEZYON DENEYİ BULGULARI	89
4.2.1. Bakteri Adezyon Miktarı Açısından Deney Gruplarının Karşılaştırılması.....	91
4.3. KAPLAMA GRUPLARINDA ÇİZİK TESTİ BULGULARI	93
4.3.1. Yapışma Kuvveti Açısından Kaplama Gruplarının Karşılaştırılması ..	95
4.4. SEM DEĞERLENDİRMELERİ.....	97
4.4.1. Yüzey Görüntülerinin İncelenmesi.....	97
4.4.2. Kesit Görüntülerinin İncelenmesi ve Kaplama Kalınlıklarının Belirlenmesi	100
5. TARTIŞMA VE SONUÇ.....	104
5.1. YÖNTEMİN TARTIŞILMASI.....	106
5.2. BULGULARIN TARTIŞILMASI	134
5.3. ÇALIŞMANIN SINIRLAMALARI VE SONUÇLAR	146
6. KAYNAKLAR	149
7. EKLER	
ÖZGEÇMİŞ	

KISALTMALAR VE SİMGELER

Ni-Cr	: Nikel krom alaşımı
Co-Cr	: Kobalt krom alaşımı
ADA	: American Dental Association (Amerikan Diş Hekimleri Birliği)
S. mutans	: Streptococcus Mutans
brp-A	: Biofilm Regulator Protein A geni
nm	: Nanometre
ATCC	: American Type Culture Collection
NCTC	: National Culture Type Collection
DSMZ	: Deutsche Sammlung von Mikroorganismen und Zellkulturen (German Collection of Microorganisms and Cell Cultures)
kHz	: Kilohertz
µl	: Mikrolitre
DNA	: Deoksiribonükleik Asit
RNA	: Ribonükleik Asit
°C	: Santigrat Derece
Ra	: Roughness Average (Ortalama Pürüzlülük)
SEM	: Scanning Electron Microscope (Tarayıcı Elektron Mikroskobu)
AFM	: Atomic Force Microscope (Atomik Kuvvet Mikroskobu)
PVD	: Physical Vapour Deposition (Fiziksel Buhar Biriktirme)
CVD	: Chemical Vapour Deposition (Kimyasal Buhar Biriktirme)
IBAD	: Ion Beam Assisted Deposition (İyon Demeti Destekli Biriktirme)
CrN	: Krom Nitrür
ZrN	: Zirkonyum Nitrür
TiC	: Titanyum Karbür
Ti	: Titanyum nitrür
TiAlN	: Titanyum alüminyum nitrür
Ag	: Gümüş
Ag-camsı	: Gümüş katkılı camsı
CNC	: Computer Numerological Control
HV	: Hardness Vickers (Vickers Sertliği)
Ti	: Titanyum
K ₂ O	: Potasyum Oksit

MgO	: Magnezyum Oksit
Al ₂ O ₃	: Alüminyum Oksit
SiO ₂	: Silisyum Oksit
LiO ₂	: Lityum Oksit
NaO ₂	: Sodyum Oksit
MTEOS	: Metilrietoksisilan
TEOS	: Tetraetoksisilan
PM	: 1-Metoksi-2-Propanol
Kw	: Kilowatt
mbar	: Milibar
V	: Volt
W	: Watt
RF	: Radyo Frekans
DC	: Direct Current (Doğru akım)
Lc	: Load Critical (Kritik yük değeri)
mm	: Milimetre
µm	: Mikrometre
ml	: Mililitre
µl	: Mikrolitre
N	: Newton
n	: Örnek sayısı
Ti6Al4V	: Titanyum-Alüminyum-Vanadyum alaşımı
MPa	: Megapaskal
g	: Gram
mg	: Miligram
ASTM	: American Society of Testing Materials
Å	: Angstron

TABLOLAR LİSTESİ

Sayfa no

Tablo 2. 1: Metal seramik sabit protezlerde kullanılan alaşımların sınıflandırılması...	5
Tablo 2. 2: PVD kaplamaların genel kullanım alanları.....	38
Tablo 3. 1: Nicor alaşımının element içeriği.....	54
Tablo 3. 2: Nicor alaşımının fiziksel özellikleri	54
Tablo 3. 3: Çalışmada kullanılan deney grupları ve özellikleri.....	58
Tablo 3. 4: Camsı kaplama çözeltisinin hazırlanmasında kullanılan kimyasallar, miktarları ve özellikleri.....	67
Tablo 4. 1: Deney örneklerine ait başlangıç yüzey pürüzlülük değerleri.....	85
Tablo 4. 2: Deney gruplarının başlangıç ortalama yüzey pürüzlülüğüne ait istatistiksel veriler.....	85
Tablo 4. 3: Kaplama grubu örneklerine ait kaplama işlemi sonrası yüzey pürüzlülük değerleri	86
Tablo 4. 4: Kaplama işlemi sonrası yüzey pürüzlülüğüne ait istatistiksel veriler.....	87
Tablo 4. 5: Kaplama işlemi öncesi ve sonrası ortalama yüzey pürüzlülüğünün grup içi karşılaştırılması.....	88
Tablo 4. 6: Yüzey pürüzlülüğündeki farklılığın gruplar arası karşılaştırılması.....	89
Tablo 4. 7: S.mutans bakteri adezyon deneyi bulguları	90
Tablo 4. 8: Deney gruplarında S.mutans bakteri adezyonu ile ilgili istatistiksel veriler	90
Tablo 4. 9: S.mutans bakteri adezyonu açısından gruplar arası farklılığın karşılaştırılması.....	91
Tablo 4. 10: Çizik testi ile elde edilen Lc2 ölçüm bulguları	93
Tablo 4. 11: Yapışma kuvveti açısından deney gruplarına ait istatistiksel veriler.....	96
Tablo 4. 12: Yapışma kuvveti açısından gruplar arası farklılığın karşılaştırılması.....	96

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa no

Şekil 2. 1: Kaplanmış bir malzemenin enine kesiti	27
Şekil 2. 2: Yüzey kaplama yöntemlerinin genel sınıflandırılması	28
Şekil 2. 3: Manyetik alanda sıçratma tekniği ile PVD kaplama işlemi	36
Şekil 2. 4: Sol jel yöntemi ile malzeme üretiminin genel şematik görüntüsü.....	42
Şekil 2. 5: Sol jel tepkimelerinde silisyum alkoksitin hidrolizi	43
Şekil 2. 6: Sol jel tepkimelerinde su ve alkol kondensasyonu ile Si-O-Si bağının oluşumu.....	43
Şekil 2. 7: Sol jel daldırma kaplama yöntemi	45
Şekil 2. 8: Çizik testinin şematik görünümü	51
Şekil 3. 1: Mum örneklerin hazırlanmasında kullanılan paslanmaz çelik kalıp ve hazırlanan mum örnekler	55
Şekil 3. 2: Manşete alınan mum örnekler ve indüksiyonlu döküm makinesi	56
Şekil 3. 3: Döküm işlemi sonrası örneklerin görünümü	56
Şekil 3. 4: Otomatik zımparalama ve parlatma makinesi	57
Şekil 3. 5: Parlatma işlemi tamamlanmış epoksi rezin kalıba gömülü örnekler	57
Şekil 3. 6: Ni-Cr kontrol grubu örnekleri	58
Şekil 3. 7: Yüzey pürüzlülük ölçüm cihazı ve ölçüm ucu	59
Şekil 3. 8: Altın kaplama ve elektroforming cihazı.....	60
Şekil 3. 9: Altın kaplama işleminde kullanılan solüsyonlar ve kaplama başlığı ünitesine asılan deney örnekleri.....	61
Şekil 3. 10: Altın kaplama öncesi ön işlemler	62
Şekil 3. 11: Altın kaplama grubu deney örnekleri.....	63
Şekil 3. 12: PVD kaplama sistemi ve sistemin şematik görünümü.....	64
Şekil 3. 13: Kaplama işlemi öncesi deney örneklerinin sac levha üzerine sabitlemesi ve levhanın vakum odası içerisindeki yerleşimi.....	64
Şekil 3. 14: TiN kaplama grubu deney örnekleri	65
Şekil 3. 15: TiAlN kaplama grubu deney örnekleri.....	66
Şekil 3. 16: Camsı kaplama çözeltisinin hazırlanması.....	68
Şekil 3. 17: Camsı kaplama çözeltisine su ve alkol ilavesi ve kaplama işlemine hazır camsı kaplama çözeltisi.....	68
Şekil 3. 18: Kaplama işlemine hazır Ag-camsı kaplama çözeltisi	69

	<u>Sayfa no</u>
Şekil 3. 19: Daldırma kaplama ünitesi ve kaplama işlemi.....	70
Şekil 3. 20: Camsı kaplama grubu örnekleri.....	70
Şekil 3. 21: Ag-camsı kaplama grubu örnekleri	71
Şekil 3. 22: Tükürük toplanması için kullanılan steril plastik kap	72
Şekil 3. 23: Tükürük karışımını debrislere ayırmak için kullanılan santrifüj cihazı	72
Şekil 3. 24: Enjektör filtresi ile tükürüğün steril edilmesi	72
Şekil 3. 25: Besi yeri hazırlanmasında kullanılan malzemeler	73
Şekil 3. 26: Besi yerine kan ilave edilmesi	73
Şekil 3. 27: Çalışmada kullanılan besi yeri petripleri	73
Şekil 3. 28: Bakterilerin besi yeri yüzeyinden sıyırılması	74
Şekil 3. 29: Bakteri süspansiyonunun oluşturulması.....	74
Şekil 3. 30: Bakteri süspansiyonunun vorteks cihazında karıştırılması	74
Şekil 3. 31: Densitometre cihazı	74
Şekil 3. 32: Deney örneğinin tükürük içeren ependorf tüpüne sıkıştırılması	75
Şekil 3. 33: Bakterilerin besi yeri yüzeyine konulması ve yayılması	76
Şekil 3. 34: Bakteri ekimi yapılmış petriplerin numaralandırılması	76
Şekil 3. 35: Örneklerin besi yeri üzerine yerleştirilmesi	77
Şekil 3. 36: Bakteriyel adezyonun temini için petriplerin etüve kaldırılması	77
Şekil 3. 37: Deney örneğinin bulunduğu serum fizyolojik içeren cam tüp	77
Şekil 3. 38: Ultrasonik titreşim cihazı ve deney tüpünün yerleşimi.....	78
Şekil 3. 39: Mikrodilüsyon işleminin uygulanması.....	79
Şekil 3. 40: Koloni sayımı yapılan besi yerlerinde S.mutans kolonilerinin görünümü	80
Şekil 3. 41: Çizik test cihazı	81
Şekil 3. 42: Çizik testi uygulanmış deney örneğinin yakından görünümü	81
Şekil 3. 43: Çizik testi hasar yolunun optik mikroskop görüntüsü	81
Şekil 3. 44: Akustik emisyon sinyal grafiği.....	81
Şekil 3. 45: SEM cihazı	82
Şekil 4. 1: Deney gruplarına ait başlangıç yüzey pürüzlülüğünün grafiksel olarak karşılaştırılması.....	86

Sayfa no

Şekil 4. 2: Kaplama işlemi öncesi ve sonrası ortalama yüzey pürüzlülüğünde meydana gelen değişimin grafiksel gösterimi.....	87
Şekil 4. 3: Deney gruplarına ait yüzey pürüzlülüğünün grafiksel olarak karşılaştırılması.....	89
Şekil 4. 4: Deney gruplarına ait S.mutans adezyon miktarının grafiksel olarak karşılaştırılması.....	92
Şekil 4. 5: Deney gruplarının 3. dilüsyon tüplerinden ekim yapılan petrielerde oluşturdukları koloni yoğunluklarının görünümü.....	92
Şekil 4. 6: Altın kaplama grubunda çizik testi uygulanmış örneğin ve çizik testi hasar yolunun görüntüsü.....	93
Şekil 4. 7: Altın kaplama grubunda çizik testi hasar yolunun optik mikroskop görüntüsü.....	94
Şekil 4. 8: Altın kaplama grubunda akustik emisyon sinyal grafiği.....	94
Şekil 4. 9: Altın kaplama grubunda uygulanan çizik testi sonrası hasar yolunun bitiminden alınan kesit SEM görüntüsünde taban malzeme deformasyonunun görüntüsü.....	94
Şekil 4.10: Altın kaplama grubunda uygulanan çizik testi sonrası hasar yolunun bitiminden alınan kesit SEM görüntüsünde kaplamanın varlığı.....	95
Şekil 4. 11: Kaplama gruplarına ait yapışma kuvvetinin grafiksel olarak karşılaştırılması.....	96
Şekil 4. 12 : Ni-Cr Kontrol grubuna ait yüzeyin SEM görüntüsü.....	97
Şekil 4. 13: Altın Kaplama grubuna ait yüzeyin SEM görüntüsü.....	97
Şekil 4. 14: TiN Kaplama grubuna ait yüzeyin SEM görüntüsü.....	98
Şekil 4. 15: TiAlN kaplama grubuna ait yüzeyin SEM görüntüsü.....	98
Şekil 4. 16: Camsı Kaplama grubuna ait yüzeyin SEM görüntüsü.....	99
Şekil 4.17: Ag-Camsı Kaplama grubuna ait yüzeyin SEM görüntüsü.....	99
Şekil 4. 18: Altın kaplama grubu kesit görüntüsü.....	101
Şekil 4. 19: TiN kaplama grubu kesit görüntüsü.....	101
Şekil 4. 20: TiAlN kaplama grubu kesit görüntüsü.....	102
Şekil 4. 21: Camsı kaplama grubu kesit görüntüsü.....	102
Şekil 4. 22: Ag-Camsı Kaplama grubu kesit görüntüsü.....	103

1. GİRİŞ VE AMAÇ

Diş veya implant destekli sabit protezlerin yapımında ekonomik olması ve bazı üstün mekanik özellikleri nedeniyle soy olmayan dental alaşımlar yaygın olarak kullanılmaktadır. Günümüzde sabit protetik uygulamalar için en fazla kullanılan soy olmayan alaşım ise nikel-krom (Ni-Cr) alaşımıdır. Bu alaşım tek başına kullanılabildiği gibi seramik veya akrilik estetik materyali desteklemek amacıyla da kullanılabilir (1, 2). Metal destekli seramik bir restorasyonun büyük bir kısmını seramik oluştursa da, seramiğin kırılmaması için kron kenarları metal alt yapı ile sonlandırılmaktadır. Subgingival alana uzanan kron kenarlarında ise, daha ince kenar sonlanmaları oluşturabilmek ve yeterli stres dayanımı sağlayabilmek için metal bilezikler oluşturulmaktadır (3). Dolayısıyla sabit protezlerde kullanılan metal alaşımı, diş ve diş eti dokusu ile en yakın komşulukta olan malzemedir. Restorasyonun uzun dönem hizmet verebilmesinde metal alaşımına yakın komşulukta olan bu dokuların sağlığının idamesi önemlidir.

Yapılan araştırmalar sabit protezler için en fazla yenilenme nedeninin çürük ve diş eti hastalığı olduğunu göstermektedir (4, 5). Bu durumun bir çok nedeni olduğu bilinse de, kurallara uygun yapılan bir protez için çürük ve periodontal hastalıkların başlıca kaynağı dental plaktır. Dental plağın %70'i bakterilerden oluşmaktadır ve plak içerisinde en fazla bulunan bakterilerin streptokoklar olduğu gösterilmiştir (6). Streptococcus mutans (S. mutans) ise diş çürüğüne neden olan bakteridir. Ayrıca S. mutans'ın tükürük pelikülü yüzeyine yapışarak dental plak oluşumunda rol oynayan erken kolonizerlerden biri olduğu belirtilmektedir (7). Bu nedenle dental alaşım yüzeyine S. mutansın adezyonunu engellemek, plak ve buna bağlı patolojilerin önlenmesi adına önemli bir konudur.

Protez yüzeyindeki girintili ve pürüzlü yüzeyler, plağı oluşturan bakterilerin büyümesi ve çoğalması için uygun ortamlardır. Yüzey pürüzlülüğü bakterileri makaslama gerilimlerinden koruyarak yüzeye tutunmasını kolaylaştırır. Dental malzemeler üzerinde

yürütülen mikrobiyolojik çalışmalarda yüzey pürüzlülüğünün bakteriyel adezyonda ve plak birikiminde etkili bir faktör olduğu belirtilmiştir (8).

Bakteriyel adezyonda etkili olan faktörlerden bir diğeri malzemenin kendisidir. Farklı protetik malzemelerin yüzeyinde biriken plağın miktarı ve yapısı değişiklikler arz eder (9). Yüzey kaplama teknikleri ile malzemenin kimyasal yapısına veya yüzey özelliklerine bağlı olarak sergilediği davranışlar, malzemenin kendisini değiştirmeksizin ince bir yüzey kaplaması uygulanarak modifiye edilebilmektedir. Bu avantajları nedeniyle yüzey kaplama teknolojileri malzemeleri aşınma ve korozyondan korumak, dekoratif görünüm kazandırmak, biyouyumlu hale getirmek gibi çeşitli amaçlarla endüstrinin birçok kolunda ve sağlık alanında yaygın olarak kullanılmaktadır. Daha az bakteri yapışan yüzeyler üretmek amacıyla yüzey kaplama malzemelerini kullanan veya yeni kaplama malzemeleri geliştiren çeşitli çalışmalar mevcuttur (10). Yüzey kaplama teknolojileri ile ilgili olarak diş hekimliği alanında yapılan çalışmaların çoğu korozyon ve biyouyumluluğu iyileştirmek amacıyla gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla en fazla üzerinde çalışılan malzeme ise implant tedavisinin popüler olması nedeniyle titanyum olmuştur (11). Sabit protezlerde kullanılan Ni-Cr alaşımı yüzeyine uygulanabilecek yüzey kaplama malzemeleri ve bunların etkileri üzerine yapılan çalışma sayısı son derece azdır.

Kaplama tabakasının malzeme yüzeyine bağlanma kuvveti, yüzey kaplamaları için değerlendirilmesi gereken en önemli özelliklerden biridir. Çünkü malzeme yüzeyine yeteri kadar kuvvetli bağlanamayan bir kaplamanın kullanılabilirliği söz konusu olamaz (12). Kaplama tabakasının protetik malzeme yüzeyine yapışma kuvvetinin ölçülmesi, mekanik olarak zorlayıcı koşullar altında hangi kaplamanın daha başarılı olacağını tahmin edebilmek adına faydalıdır.

Bu tezin amacı, sabit protezlerde kullanılan Ni-Cr alaşımının yüzeyine uygulanan beş farklı yüzey kaplama malzemesinin yüzey pürüzlülüğü ve *S. mutans* bakteri adezyonu üzerindeki etkilerini incelemenin yanı sıra, kaplama tabakasının alaşım yüzeyine yapışma kuvvetini karşılaştırmalı olarak değerlendirmektir.

2. GENEL BİLGİLER

2.1. DENTAL ALAŞIMLAR

Protetik diş hekimliğinde sabit veya hareketli bölümlü protezlerin yapımı için çeşitli özelliklerde metal alaşımları kullanılmaktadır (1,2). Metaller, elektriği ve ısıyı iyi ileten, cilalandığında ışığı yansıtabilen, opak kimyasal maddeler olarak tanımlanır (13). Saf metaller yumuşak yapıda olduklarından, dental protezler için yeterli fiziksel direnci gösteremezler. Ağız ortamında genellikle daha üstün fiziksel özelliklere sahip alaşımlar tercih edilir (1-3). Alaşımlar iki veya daha fazla metalin erimiş halde birbirleri içinde çözünmesi sonucu oluşurlar. Dental alaşımlar genellikle ikiden fazla element içerirler (1, 2). Periyodik tabloda bulunan 25' ten fazla element dental alaşımların yapısında bulunabilmektedir. Günümüzdeki dental alaşımlar major element olarak altın, palladyum, gümüş, nikel, kobalt ve titanyum içermektedir (1-3).

2.1.1. Dental Alaşımların Tarihsel Gelişimi

Protetik restorasyonların yapımında ilk olarak kullanılan metal saf altındır. Ondokuzuncu yüzyılda kroşe ve çeşitli teller altın plakalar kullanılarak elde edilmiştir. Taggart tarafından 1907' de altının döküm işleminden bahsedilmiş ve sonrasında döküm işlemi ve alaşımlar üzerine çok sayıda araştırma yapılmıştır. Tarihsel olarak 1920'de tanımlanan ilk alaşımlar %75 ten fazla altın içeren döküm altın alaşımlarıdır (14). Altının soy bir metal olması nedeniyle bu alaşımlar soy alaşımlar olarak adlandırılmıştır. Tüm dünyada 1930' larda görülen ekonomik bunalım neticesinde, büyük boyutlu ve daha az hassasiyet gerektiren hareketli bölümlü protezlerde, altın alaşımlarının yerine soy olmayan krom-kobalt alaşımları kullanılmaya başlanmıştır (14, 15). 1950'li yıllarda lastik esaslı ölçü maddelerinin kullanılmaya başlanması ve sonrasında seramik sistemlerin tanıtılması ile birlikte sabit protezlerin yapımının artması, yeni ve ekonomik alaşımlar geliştirme gerekliliğini ortaya çıkarmıştır (16). Soy olmayan krom-kobalt alaşımının, hareketli bölümlü protezlerde başarıyla kullanılması soy olmayan alaşımların sabit protezlerde kullanılabilmesi konusunda

çalışmaları hızlandırmıştır (14). 1970'li yılların sonlarında piyasaya sürülen soy olmayan nikel-krom (%80 Ni, %13 Cr) alaşımları ile soy alaşımlara olan ilgi giderek azalmıştır (16). Titanyum bazlı alaşımlar ise 1970'lerin sonlarında potansiyel döküm alaşımı olarak önerilmiştir. Günümüzde ekonomik olması yanında sahip olduğu bazı üstün özellikler nedeniyle, hem sabit hemde hareketli protezlerin yapımında soy olmayan alaşımlar yaygın olarak kullanılmaktadır (1, 2).

2.1.2. Dental Alaşımların Sınıflandırılması

Dental alaşımların çok çeşitli olması nedeniyle günümüze kadar pek çok farklı sınıflandırma yapılmıştır. Dental alaşımlar için ilk sınıflandırma 1966 yılında ADA (American Dental Association) tarafından altın içeren soy alaşımlar için yapılmıştır. Burada alaşımlar sertliklerine ve altın içeriklerine göre Tip I den IV' e kadar sınıflandırılmıştır. Dental alaşımlar 1979 yılında Mc Lean tarafından soy ve soy olmayan metal alaşımları olarak iki ana sınıf halinde toplanmıştır (14). Siebert ise protetik alaşımları içerdiği metalin ticari değerine göre kıymetli ve kıymetsiz olarak sınıflandırmıştır (1, 14, 15). Gümüş, soy bir metal olmadığı halde ticari değeri yüksek olduğundan kıymetli metal sınıflaması içerisine dahil edilmiştir (15). Dental döküm alaşımları için, ADA tarafından 1984 yılında soy, yarı soy, soy olmayan alaşımlar şeklinde bir sınıflandırma geliştirilmiştir. Günümüzde metal-seramik sabit protezler için kullanılan alaşımlar Tablo 2. 1' de görüldüğü gibi içeriklerine göre soy ve soy olmayan metal alaşımları olarak iki ana sınıfta toplanmaktadır (2). Pratik kullanımda ise genellikle soy ve soy olmayan alaşımlar veya kıymetli ve kıymetsiz alaşımlar şeklinde değerlendirilmektedir (1, 15).

Tablo 2. 1: Metal seramik sabit protezlerde kullanılan alaşımların sınıflandırılması (2)

SINIFLANDIRMA		ALAŞIMLAR
SOY ALAŞIMLAR	Altın Alaşımları	Altın-Platin-Palladyum Altın-Palladyum-Gümüş Altın-Gümüş
	Palladyum Alaşımları	Palladyum-Gümüş Palladyum-Bakır
SOY OLMAYAN ALAŞIMLAR		Nikel-Krom Kobalt-Krom Titanyum

2.1.3. Sabit Protezlerde Kullanılan Alaşımlar

2.1.3.1. Soy Alaşımlar

Soy alaşımlar korozyona, lekelenmeye ve asit ataklarına dirençli olan soy metalleri yüksek oranda içerirler. Altın, platin, palladyum, iridyum, osmiyum, rodyum ve ruthenyum soy metallerdir (15). Bunlardan altın, platin ve palladyum dental alaşımlarda sıkça kullanılarak alaşımın ağız içi koşullarda inert olması sağlanır (2). Soy alaşımların dökümleri kolaydır ve ağızda kullanımları son derece başarılıdır (15). Altın içeriği yüksek olan alaşımlarda porselen pişirilme ısı, altının erime derecesine yaklaştığı için alt yapıda deformasyon görülebilmektedir (14). Platin ve palladyum alaşımının erime sıcaklığını yükseltmek ve alaşıma sertlik ve dayanıklılık vermek amacıyla katılır. Bu alaşımlara az miktarda soy olmayan metal ilavesi (indiyum, çinko ve kalay) alaşımı sertleştirir, gren yapısını düzenler ve seramik bağlantısı için gerekli oksit tabakasının oluşumunu sağlar. Gümüş ilavesi alaşıma sertlik katar ve palladyumla beraber kullanıldığında soy metal gibi davranarak korozyona dirençli olur. Ancak gümüş, porselen pişirilmesi sırasında metal-seramik ara yüzünde yayılarak porselene yeşilimsi bir renk verir (1, 14).

Altın içeren alaşımların elastiklik modülünün düşük olması, çiğneme yükleri altında esnemesi ve üzerindeki porselenin kırılması açısından risk taşır (1). Palladyum alaşımlarının elastiklik modülleri altın alaşımlarından daha yüksek olduğu için uzun köprülerde daha başarılıdır (14). Altın ve palladyumun özgül ağırlığının yüksek olması (Au: 19,3g/cm³, Pd: 12g/cm³) döküm işlemini kolaylaştırırken, aynı hacimdeki bir restorasyon için kullanılan metal ağırlığını ve dolayısı ile maliyeti arttırır (1).

Soy alaşımların en önemli avantajları biyouyumlu olmaları ve restorasyonun kenar uyumunun iyi olmasıdır. Bu nedenle altın içeren soy alaşımlar uzun bir dönem tercih edilmiştir. Ancak günümüzde ekonomik ve bazı üstün fiziksel özellikleri nedeniyle soy olmayan alaşımların kullanımı artmaktadır (2, 5, 7).

2.1.3.2. Soy olmayan Alaşımlar

Bu alaşımlar nikel-krom alaşımları (Ni-Cr), kobalt-krom alaşımları (Co-Cr) ve titanyum alaşımları olmak üzere üç temel gruba ayrılırlar (2). Soy olmayan metal alaşımlarının ekonomik olmaları dışında, soy alaşımlardan bazı üstün özellikleri de vardır. Elastiklik modülleri, sertlikleri ve deformasyona dirençleri yaklaşık olarak iki kat daha büyüktür (1, 15). Bu özellikleri uzun köprülerde güvenle kullanılabilmesine olanak sağlar. Çünkü porselenin kırılma riski daha azdır (1). Ayrıca soy alaşımlardan daha ince olarak hazırlanabilir. Böylelikle daha az diş kesimine ihtiyaç duyularak porselen için yeterli yer kazanılabilir (17). Yoğunlukları (Ni:8,9g/cm³, Co:8,8g/cm³) soy alaşımlardan daha düşüktür (1). Erime ısısı yüksek olduğu için porselen pişirilmesi sırasında daha az deformasyona uğrarlar (14). Bunların yanı sıra soy olmayan alaşımların bazı dezavantajları da vardır. Korozyona dayanıklılıkları daha az olduğu için biyouyumlulukla ilgili problemler görülmektedir. Daha yüksek döküm ısısı gerektirdiklerinden döküm büzülmesi ve kenar uyumu problemleri daha fazla olur. Restorasyon kenarlarının net olarak elde edilebilmesi, klinik olarak uyumlanması ve lehimlenmeleri daha zordur (17). Döküm işlemi soy alaşımlardan daha fazla teknik hassasiyet gerektirir. Ancak deneyimli laboratuvarlarda elde edilen sonuçlar oldukça iyidir. Günümüzde yaygın kullanımı nedeniyle laboratuvarların çoğu bu alaşımların dökümü konusunda oldukça tecrübelidir (1).

Soy olmayan alaşımlara, mekanik özelliklerini modifiye etmek, döküm ve işleme özelliklerini arttırmak için eser elementler ilave edilir (1, 3). Eser elementlerdeki küçük

yüzdesel farklar, alaşımın sertlik ve elastiklik modülünün büyük oranda etkilenmesine neden olabilir (1). Sıklıkla eklenen eser elementler molibden, berilyum, silisyum ve karbondur (1, 3). Molibden ve berilyum, kristal yapının geliştirilmesini ve döküm işlemlerinin kolaylaşmasını sağlar. Silisyum, metalin dökülebilme ve çekilebilirlik özelliğini artırır. Karbon ise sertliği ve dayanıklılığı artırır (15).

2.1.3.2.1. Nikel-Krom alaşımları

Sabit protez yapımında en fazla kullanılan alaşımlardır (1, 14). Tam-döküm, metal-akrilik veya metal-seramik restorasyonlarda kullanılabilirler. Bu alaşımlarında major element nikeldir ve alaşımdaki oranı en az % 60' tır. Nikel metalik beyaz renkli, parlak ve sert bir metaldir (18). Günlük hayatta kullandığımız madeni para, mutfak malzemeleri ve takılar gibi birçok yerde bulunur (15). Nikel, alaşımın mekanik özelliklerine olumlu etkide bulunur ve sertliğini artırır (18). Bu alaşımlar ağırlıkça en az % 20, ideal olarak ta % 20-30 krom içermelidir. Krom ilavesi korozyona direnci arttırmak için gereklidir. Kromun metalin üzerinde hızla okside olarak ince bir tabaka halinde krom oksit oluşturduğu ve böylece metali korozyondan koruduğu düşünülür. Alaşımda krom oranı % 30' u geçince döküm zorlaşır ve sigma fazı denilen kırılğan bir faz oluşur. Kromun uzama özelliğine olan olumsuz etkisi ise nikel ile giderilir (2).

Nikel-krom alaşımlarına % 0,5- 2 oranında berilyum katılması alaşımın ergime aralığını düşürür, dökülebilmeyi kolaylaştırır ve kenar uyumunu iyileştirir. Ayrıca revetmanla daha az reaksiyona girmeyi sağlayarak döküm sonrası alaşımın temizlik ve bitim işlemlerini kolaylaştırır. Berilyum katılması ayrıca porselen ile olan bağlanma kuvvetini artırır (19). Ancak korozyona direnci azalttığı (20, 21), alaşımın sertliğini düşürdüğü (22) ve alerjik-toksik özelliklerinin bulunduğu (21) yapılan çalışmalarda gösterilmiştir. Bu nedenle günümüzde kullanılan alaşımların içeriğinden berilyum çıkarılmıştır. Ni-Cr alaşımlarında eser element olarak; alüminyum, karbon, kobalt, bakır, seryum, galyum, demir, manganez, niobiyum, silisyum, kalay, titanyum veya zirkonyum bulunabilmektedir (23).

Amerika'da protetik restorasyonlar için en fazla kullanılan alaşımın nikel içerikli soy olmayan metal alaşımı olduğu bildirilmiştir (17). Özetle bu alaşımların fiyatları ucuz, korozyon dirençleri yeterli sınırlarda, sertlik ve dayanıklılıkları uygun düzeyde ve yoğunlukları düşüktür. Hassas döküm zorluğu, kenarlarının kaba ve kısa olması, rengin

oksit oluşumundan etkilenebilmesi, nikel alerji gelişmesi gibi dezavantajları da mevcuttur (1).

2.1.3.2.2. Kobalt-krom alaşımları

Bu alaşımlarda nikel çıkarılmış ve yerine kobalt getirilmiştir. Kobalt içeriği nedeniyle Ni-Cr alaşımlarına göre daha fazla mekanik dirence sahiptirler ve daha düşük toksik etki gösterirler (23). Sabit protezler için kullanılan Co-Cr alaşımı ağırlıkça % 53-57 kobalt, % 23-32 krom ve % 2-6 molibden içerir (22). Hareketli bölümlü protezlerde kullanılan Co-Cr alaşımında ise kobalt oranı en az % 60, krom oranı ise en az % 30' dur (13). Co-Cr alaşımları uzun köprülerde elastiklik modülünün düşük olması nedeniyle uygun değildir. Ayrıca yüksek döküm sıcaklıkları nedeniyle temizlenmeleri ve parlatılabilmeleri zordur (23). Bu alaşımlar hareketli bölümlü protez yapımında yaygın olarak kullanılmakta olup, sabit protez yapımında genellikle kullanılmamaktadır. Amerika'da nikel alerjisi bulunan hastalarda sabit protez yapımında alternatif olarak kullanıldığı bildirilmiştir (1, 13, 22).

2.1.3.2.3. Titanyum Alaşımları

Titanyum düşük yoğunluğa 4,5 g/cm³ sahip, sert, korozyona dirençli ve biyolojik olarak uyumludur. Diş hekimliğinde özellikle implant uygulamalarında tercih edilmektedir (1, 14). Sabit protezlerde kullanımında bir takım sorunlar mevcuttur. Porselenin pişirilmesi için uygulanan yüksek sıcaklık, titanyum dioksit tabakasının kalınlaşmasına ve titanyum seramik bağlantısının zayıflamasına neden olmaktadır (24). Bu nedenle düşük ısı gerektiren özel porselen sistemlerinin kullanılması gerektiği belirtilmiştir. Titanyumun yüksek erime sıcaklığından dolayı dökümü problemlidir. Vakum ortamı veya argon atmosferi sağlayan özel döküm cihazları ve eğitimli laboratuvar personeli gerektirir. Bunu sağlayabilecek laboratuvar sayısı ise yetersizdir. Bu nedenle kullanımları Ni-Cr alaşımları kadar yaygınlaşmamıştır (1).

2.1.3.3. Soy Olmayan Alaşımlarda Biyolojik Etkiler

Sabit protezlerde kullanılan alaşımlar ağız ortamı ile sürekli temas halinde bulunduğu için biyolojik etkileri oldukça önemlidir. Protetik alaşımların biyolojik etkileri, alaşımın içeriğine, yüzey özelliklerine ve korozyona direncine bağlıdır. Ağız ortamı, sıcaklık ve pH değişiklikleri nedeniyle korozyona oldukça elverişlidir. Alaşımın çok sayıda element içermesi veya yüksek oranda soy olmayan metal içermesi korozyon olasılığını artırır (13).

Diş eti altına giren kron kenarları veya diş eti ile temas eden gövde altları gibi, sıvı dolaşımının az olduğu bölgelerde, alışimlardan salınan elementlerin komşu dokularda birikmesi neticesinde toksik, alerjik ve enflamatuar etkiler meydana gelebilir (16, 17). Lokal toksisite için gereken miktarın sistemik olandan çok daha az olmasından dolayı, dental alışimlardaki korozyon sonucu sistemik toksik etkilere pek rastlanmamaktadır (25). Bunun yanında özellikle nikel içerikli alışimların sitotoksik, genotoksik ve alerjik etkilerinin olduğu belirtilmektedir (1, 3, 8). Nikel alerjisinin erkeklerin % 0,9' unda, bayanların ise % 9' unda gözlemlendiği rapor edilmiştir (1).

Dental alışimlardaki biyolojik etkileri belirleyen özelliklerden bir diğeri de, alışıma yapışan dental plaktır. Dental plak hem alışım etrafında asidik bir ortam yaratarak korozyonu arttırmakta (25), hem de çevre dokularda enfeksiyon oluşturan bakterileri barındırmaktadır (26).

2.2. DENTAL PLAK

Dental plak; dişler ve restoratif malzemelerin yüzeyine yerleşen; gıda birikintileri, hücreler, müsin ve bakteriler içeren; ağız çalkalama solüsyonları ve su spreyinin mekanik gücü ile giderilemeyen; beyaz-sarı veya beyaz-gri renkli, yumuşak ve yapışkan organik yığıntılardır (27). Dental plak özellikle tükürük akımı, dil, dudak ve yanak tarafından mekaniksel olarak temizlenemeyen bölgelerde yerleşmeye eğilimlidir. Plak terimi ilk olarak 1897-1898 yıllarında Williams ve Black tarafından kullanılmıştır (28).

Plağın % 30'unu müsin, su ve polisakkaritten oluşan kolloid yapıda kompleks bir matrix oluşturur. İnterbakteriyel matriks adı verilen bu yapışkan kolloid, bakterileri birbirlerine ve dişe bağlar (29). Plak matriksinin inorganik bileşenlerini, başlıca kalsiyum ve fosfor, eser miktarda da sodyum, potasyum ve flor gibi diğer mineraller oluşturur. Plak matriksinin organik bileşenleri ise tükürük kaynaklı glikoproteinler, bakterilerin ürettiği polisakkaritler ve yıkılmış bakteri ve konak hücre membran artıklarından oluşan lipitlerdir (30). Plağın geri kalan %70' lik kısmını ise plak bakterileri oluşturur. Ağız boşluğunda 700' den fazla türde bakteri vardır ve bunların çoğu plak ile ilişkilidir (26). Ağız mikro florasından önemli ayrıcalıklar gösteren plak mikro florası kişiye, ağızda bulunduğu bölgeye ve kişinin beslenme alışkanlıklarına göre değişim gösterir (27). Dişler, protetik ve restoratif malzemeler gibi ağız içi yüzeyler üzerinde biriken plak

bakterilerinin metabolizmaları sonucu, diş çürüğü, gingivitis, periodontitis, peri-implant enfeksiyonları ve stomatitler oluşmaktadır (17, 20).

2.2.1. Dental Plağın Oluşum Evreleri

Dental plağın oluşumu, bakterilerin yapışması, gelişmesi, uzaklaşması ve tekrar yapışması olaylarının bir arada yaşandığı dinamik bir süreçtir (26). Dental plak oluşumunda sırayla meydana gelen üç temel aşama vardır. Bunlar pelikül oluşumu, erken plak oluşumu ve plağın olgunlaşması aşamalarıdır.

2.2.1.1. Pelikül Oluşumu

Pelikül; oral sert ve yumuşak dokuları kaplayan, yüzeye sıkıca tutunan, ince, membranöz, renksiz ve hücre içermeyen bir biofilm tabakasıdır. Kelime anlamı olarak ince deri veya ince film anlamına gelen latince 'pelicula' kelimesinden köken alır (18, 22, 23). Kazanılmış pelikül (22, 23), kazanılmış tükürük glikoprotein tabakası (31), tükürük biyofilm tabakası (23) gibi farklı isimlerle anılabilmektedir.

Elektron mikroskobu ile mikro yapısı incelendiğinde, pelikülün fibril içermeyen, homojen ve granüler yapıda olduğu ve diş yüzeyine sıkıca yapıştığı görülmüştür (27). Bir tükürük ürünü olan pelikül tabakasının başlıca bileşenleri; tükürük içerikli glikoproteinler, proteinler, enzimler, polipeptitler, lipitler, müsin ve bunların türevleridir (23, 24). Pelikül tabakası ayrıca immünoglobulin, lizozim, sistadin gibi antimikrobiyal ürünler içerir ve koruyucu fonksiyonları tükürüğe benzerlik gösterir. Pelikül kaplı minenin asitler karşısında daha az demineralize olduğu gösterilmiştir (23, 24). Hatta pelikülün, çürük kavitesini doldurarak lezyonun iyileşmesine katkıda bulunduğu rapor edilmiştir (27).

Ultrastruktural çalışmalar, ağız ortamıyla temas sonrası 1 dakika içerisinde mine yüzeyinde belirlenebilir bir pelikül tabakası varlığını göstermiştir (23, 24). Pelikül tabakası polisaj işlemi ile diş yüzeyinden uzaklaştırılabilir, ancak bir kaç dakika içerisinde tekrar oluşur (27).

Oluşum aşamalarına göre pelikül erken ve geç olarak ikiye ayrılır. Erken pelikül temiz diş yüzeyinin tükürük ile temasından bir kaç dakika sonra oluşur. Yüzeyin ince bir pelikül ile kaplanması 30 dakika içerisinde, pelikülün olgunlaşarak dengeye ulaşması ise iki saat içerisinde gerçekleşir. Olgunlaşmış pelikül, bakteri hücrelerinin adezyonuna izin

verecek hale gelir (32). İki saatlik pelikül yaklaşık 20-50 nm kalınlığındadır (33) ve üzerinde hemen hemen hiç plak birikimine rastlanmaz (32).

Yapılan çalışmalar pelikül tabakasının sadece mine üzerinde değil, protetik malzemeler (34), dolgu malzemeleri (35), titanyum implant (27) ve ortodontik malzeme (36) gibi dental restoratif malzemelerin yüzeylerinde de oluştuğunu göstermiştir. Sanılanın aksine bakteriler protez yüzeyine veya mikro çatlaklara direkt olarak değil, buraları örten pelikül tabakasının dış yüzeyine tutunurlar. Pelikülün miktarı ve bileşimi, kişiye, kapladığı yüzeyin özelliklerine ve tükürüğün yapısına bağlı olarak değişkenlik göstermektedir (34).

Olgunlaşma aşaması tamamlanan pelikül komponentlerine dental plağı oluşturmak üzere bakterilerin atağı gerçekleşmektedir. Pelikül yapısında bulunan her molekül bakteriyel adezyon açısından birbirinden farklı ve spesifik bir öneme sahiptir. Özellikle protein molekülleri dental plağı oluşturan bakterilerin yüzeye tutunmasını sağlarlar. Böylece diş çürükleri ve periodontal hastalıklar gibi birçok dental patolojiye neden olan plak tabakası, pelikülün üzerine yerleşerek gelişmeye başlar (34).

2.2.1.2. Erken plak oluşumu

Pelikül tabakasının olgunlaşmasının ardından 24 saat içinde bakterilerin pelikül tabakasına adezyonu, proliferasyonu ve kolonizasyonu ile 1-3 µm kalınlıkta olgunlaşmamış erken plak oluşur (30). Plak oluşumunu başlatan bakteriler, pelikül kaplı sert doku yüzeyi ile doğrudan temas geçerler. İlk tutunan bakterilere ‘erken veya primer kolonizerler’ adı verilir. Primer kolonizerler streptokoklardır ve plak oluşumunun ilk 4 saati içerisinde plak bakterilerinin neredeyse % 85’ ini oluştururlar (27, 37, 38). Streptokoklardan *Streptococcus sanguis* ve *Streptococcus mutans* (*S. mutans*) ise başlıca primer kolonizerlerdendir. Primer kolonizerler ortamda karbonhidrat varlığında ekstrasellüler polisakkaritler ve glukan sentezlerler. Böylece plaktaki diğer bakterileri besleyerek üremelerini ve plağın olgunlaşmasını sağlarlar (39). Primer kolonizerler ayrıca diğer bakteriler için bağlanma yerleri oluşturarak sekonder kolonizerlerin adezyonunu etkileyebilirler. Bundan dolayı primer kolonizerlerin adezyonu, diğer bakterilerin adezyonunu dolayısı ile dental plağın gelişimini etkileyebilir. Gram pozitif ilk kolonileri takiben 12 saat sonra plakta, gram negatif sekonder kolonizerler görülmeye başlar. Başlıcaları *Actinobacillus*, *Porphyromonas*,

Prevotella ve Fusobacteriumdur. Bunlar genellikle periodontal hastalıkların gelişmesinden sorumludurlar. Bakteriler, erken plak içerisinde hızla proliferasyon olup homojen matris içinde gömülü yoğun bir yapı oluşturur (38).

2.2.1.3. Plakın Olgunlaşması

Erken plak oluşumunu takiben 2-3 gün içerisinde plak olgunlaşır. Erken plakın oluşum aşaması olan ilk 24 saatte plaktaki bakteri sayısı giderek artarken, sonraki günlerde toplam sayıda bir değişiklik olmamakta, fakat bakterilerin türleri ve birbirlerine oranları değişiklik göstermektedir. Plakın olgunlaşması aşamasında filamentöz organizmalar ve sipiroketler yapışkan bir biyofilm oluşturmak üzere bir araya gelirler (40). Olgun bakteri plakının 1 mg'ında 10^8 den fazla bakteri bulunmaktadır (27). Dental plaktaki bakteri sayısı ve cinsi ağızdaki bölgelere veya bireylere göre farklılıklar gösterir. Özellikle streptokoklar karyojenik plakta yüksek yoğunlukta bulunmaktadır (26).

2.3. STREPTOKOKLAR

2.3.1. Genel Bilgiler

Streptokoklar tüm vücutta flora bakterisi olarak bulunup, deride en çok bulunan bakterilerdendir. Ayrıca süt ve süt ürünleri gibi gıda maddelerinde de bulunurlar. Büyük çoğunluğu patojendir ve hastalık etkenidir. Streptokoklar insan ve hayvanlarda çeşitli lokal ve sistemik enfeksiyonlara neden olurlar. Bazı streptokoklar ise hayvanların üst solunum yollarında ve bağırsak kanalında normal florada bulunur ve direncin belirgin ölçüde azalması halinde patojen hale geçerler (29, 32).

Genel olarak 0,6- 1 μm çapında tam yuvarlak veya oval şekillidirler. Sporsuz ve hareketsizdirler. Zincir yaparak çoğalırlar veya ikişer ikişer bulunurlar. Gram pozitif ve fakültatif aneorobtur. Çoğu kapsülsüzdür ancak bazılarında hyaluronik asit içeren bir kapsül bulunur. Kan veya serumla zenginleştirilmiş katı besi yerlerinde (kanlı agar, serumlu agar) kolayca ürerler. Kanlı agar üzerindeki hemoliz oluşturma durumuna göre alfa (az hemoliz), beta (çok hemoliz) ve gama (hemoliz yok) hemolitik olarak sınıflara ayrılırlar. Ortamdaki glikozu fermente ederek laktik asit oluştururlar. Bu nedenle asidojenik olarak adlandırılırlar. Optimal üreme ısıları 37 °C' dir (38).

2.3.2. Oral Streptokoklar

Oral streptokoklar insan ve hayvan ağız boşluğunda en fazla bulunan bakterilerdir. Doğumdan 4- 12 saat sonra oral streptokoklar kalıcı floranın ilk ve en yoğun üyesi

olmaya başlar ve hayat boyu kalırlar (41). Erişkin ağız florasının %30- 60'ını oluştururlar. Diş yüzeyi, diş eti cebi, kök kanalları, damak, dil ve yutak mukozalarında bulunurlar. Görünümleri streptokokların genel karakterine benzerdir (38). Oral streptokoklar subakut bakteriyel endokarditin en önde gelen etkenidirler. Ağız ortamındaki kanamalı işlem sonucu kan dolaşımına girerek hasarlı kalp kapakçığına tutunabilirler. Yapılan bir araştırmada mikrobiyal kaynağı kesin olarak saptanan enfektif endokardit olgularının yaklaşık yarısının oral streptokok kökenli olduğu belirtilmiştir (42).

Dental plağın % 42-48'i oral streptokoklar tarafından oluşturulur. Oral streptokoklar pelikül moleküllerine bağlanma kapasitesi sayesinde plak oluşumunda primer kolonizer olarak rol alırlar. Sekonder kolonizerler ise streptokoklara bağlanarak plağın yapısına katılırlar. Bu nedenle streptokokların dental plak oluşumunda anahtar bakteri oldukları düşünülmektedir (17, 35).

2.3.2.1. Streptococcus mutans

Genellikle ağız boşluğunda bulunan bu bakteri 1924 yılında İngiltere'de Clarke tarafından insan çürük lezyonlarından izole edilmiştir (43). Bu bakteri diş çürüğünün başlamasında ve ilerlemesinde primer sorumlu bakteridir ve diş çürüğünün major etiyolojik faktörü olarak bilinir (30, 35). Dental plağın 1 g'ında yaklaşık 10^9 adet bulunmaktadır (36).

Eğer bir ağızda diş veya protez bulunmuyorsa, genellikle diğer yüzeylerde mukoza ve dil yüzeylerinde veya tükürükte *S. mutans*'a rastlanılmaz. Doğumdan sonra süt dişlerinin çıkmasına kadar geçen süre içerisinde bebeklerin ağız florasında ve yine dişlerin kaybı sonrası dişsiz ağızlarda *S. mutans*' a rastlanılmazken, dişsiz ağızlara protez yapılmasından sonra bu bakteri yeniden izole edilebilmektedir. Bunun nedeni *S. mutans*'ın ancak ağız içi sert yüzeylerde kolonize olabilmesidir (29). Yapılan çalışmalarda bu bilgiyi destekler nitelikte *S. mutans*'ın sert yüzeylere diğer streptokok türlerinden daha fazla bağlandığını göstermektedir (16).

S. mutans hücre dışına glikoziltransferaz enzimi sentezler ve sükrözu suda çözünmeyen, yapışkan bir forma sahip ekstrasüllüler glukana çevirir (29). Sert yüzeyleri kaplayan glukana üzerine, yüzeyindeki glukana-bağlayıcı protein aracılığı ile bağlanan *S. mutans* bakterisi, ağız içi sert yüzeylerde kolonize olarak dental plağın oluşumunda rol

oyun (20, 36, 37). *S. mutans* 'ın plak oluşumuna katılması DNA' sındaki brpA (Biofilm Regulatory Protein A) geni tarafından kodlanır. Ortamdaki şeker varlığı, pH ve sıcaklık gibi dış etkiler bu genin aktive olmasını sağlarlar (44). Şeker diyetinin fazla olduğu bireylerde *S. mutans* ve plak mevcudiyetinin arttığı, şeker diyeti azaldığında ise dental plak miktarı ve asit oranının azaldığı gösterilmiştir (45). Plakın asit oranının artması, yani pH değerinin düşmesi, *S. mutans*'ın karbonhidratları fermente etmesi sonucu oluşan metabolik bir ürün olan laktik asit nedeniyle olur (7). Dental plak normal pH koşullarında kalsiyum fosfat içeriği açısından dengededir. PH değerinin 5,5'in altına düşmesi ile bu denge korunamaz ve mineden kalsiyum ve fosfat çözünmeye başlar. Plak pH'ı normale döndüğünde, kalsiyum ve fosfat mineye geri dönüp remineralizasyon yapabilir. Ancak ortamdaki *S. mutans* sayısı fazlaysa üretilen laktik asit, plak pH'ının normale dönmesini engeller. Bu sebeple remineralizasyon, demineralizasyonu kompanse edemez ve çürük oluşumu başlar (45, 46). *S. mutans* hücre içine taşıdığı karbonhidratların bir kısmını depo ederek ortamda şeker olmadığı zaman kullanır. Böylece, düşük plak pH'ının devamlılığı sağlanır (29). *S. mutans* pH 5 değerinde metabolik açıdan aktive olur. Bu değer birçok bakterinin yaşayamayacağı asidik bir ortamdır. Bu nedenle *S. mutans* ağız florasındaki en etkili odontopatojen bakteri olarak değerlendirilmektedir (7, 45).

2.4. BAKTERİYEL ADEZYON

Bakteriyel adezyon, bakterilerin konak dokuya tutunmasını ifade eder. Bir bakterinin konakta hastalığa sebep olabilmesi için öncelikle konak dokuya adezyonu şarttır. Ağızdaki bakteriler yumuşak (diş eti ve mukoza) ve sert doku (dişler, protez ve dolgu malzemeleri) yüzeylerine tutunabilmektedir (29).

Bakteriler kendi ekolojisine uygun olan bölgelerde yerleşirler. Bu nedenle bir bakteri herhangi bir florada tesadüfen bulunmamaktadır. Adezyondaki konak seçiciliği, bir bakterinin yalnızca virülansını değil aynı zamanda hangi dokuda hastalık yapabileceğini de belirler. Örneğin önemli bir oral patojen olan *Porphyromonas gingivalis*'in dişeti epiteline tutunması sadece dakikalar alırken, ağızın içerisine inoküle edilse bile *Escherichia coli*'nin tutunamadığı ve süratle uzaklaştığı gösterilmiştir (29).

2.4.1. Oral Yüzeyle Bakteriyel Adezyonun Moleküler Mekanizması

Başlangıç adezyonu geri dönüşümlü fizikokimyasal etkileşimleri, ileri adezyon ise hücrel ve moleküler etkileşimleri içerir (37). Başlangıç adezyonu için ilk önce bakteriler yüzeye yaklaşmalıdır. Fiziki yaklaşımda bakterinin hareketi, yerçekimi kuvveti, içinde bulunduğu sıvıdaki akım ve hareketlilik etkilidir. Bakteri yüzeye yaklaştığında (50 nm) Van der Waals çekim kuvvetleri, elektrostatik ve hidrofobik etkileşimler gerçekleşmektedir. Bu etkileşimler sayesinde bakteri yüzeye 10-15 nm mesafe kalacak şekilde yaklaşır ve bakteri ile yüzey arasında fiziki temas gerçekleşir. Bu durumda Van der Waals bağları, hidrojen bağları ve iyon çiftlerinden oluşan geri dönüşümlü ve zayıf bir bağ vardır. Daha sıkı yapışma sağlayan ileri adezyon ise bakterilerin kapsül, pili ve glikokaliks gibi polimerik yüzey yapılarının malzeme yüzeyi ile köprü kurması sonucu (37, 47) veya bakteriler tarafından sentezlenen ve münöz glukoproteinlerden oluşan ekstraselüler polimerik maddelerin (örneğin glukon) konak doku yüzeyinde biriktirilmesi ve birbirine temas eden iki cismin zıncık ile yapıştırılmasına benzer bir şekilde bu maddelerin bakteri hücrelerini yüzeye yapıştırması sonucu gerçekleşir (29). Diş ve restoratif malzemelere bakterilerin ileri adezyonunda bakterilerin dış duvarında yer alan ve “adezinler” diye bilinen yüzey proteinlerinin, pelikulla ilişkili adezyon proteinleri ile bağlanması sonucu sıkı bir yapışma gerçekleştiği düşünülmektedir.

Bakteri adezyonunda etkili olan diğer bir mekanizmanın ise kalsiyum köprüleri olduğu belirtilmiştir. Negatif yüklü bakteri hücre yüzeyi ile negatif yüklü pelikül tabakası arasında tükürükten gelen pozitif yüklü kalsiyum iyonları köprüyü oluştururlar (35).

2.4.2. Bakteriyel Adezyonu Etkileyen Faktörler

2.4.2.1. Bakterinin Cinsi

Farklı bakterilerin malzeme yüzeyine tutunmasında farklılıklar gözlenmesi, bakteri cinsinin adezyonda etkili bir faktör olduğunu göstermektedir. Örneğin, dil sırtındaki streptokokların %50'sini oluşturan *Streptococcus salivarius* diş sert dokularına tutunamamaktadır. Diş sert dokularına çok iddialı tutunan *S. mutans* ise dil yüzeyine tutunamaz veya çok az tutunabilir (29). Bakteri yüzeyinde bulunan adezinlerin farklılığı, adezyon için tercih edilen yüzeyi etkiler. *S. mutans*'ta pelikıldaki dextran içeren

reseptörler ile bağlanabilen (48), *S. sanguis*'te ise tükürükteki sialik asit içeren elemanlar ile bağlanabilen adezinler olduğu bildirilmiştir (49).

2.4.2.2. Bakterinin Yüzey Enerjisi ve Elektrik Yükü

Bakterinin yüzey enerjisinin adezyon seçiciliğinde etkili olduğu belirtilmiştir. Bakteri yüzey enerjisi bakteri türüne, büyüme ortamının etkisine, bakteri yaşına ve yüzey yapısına bağlı olarak değişmektedir. Hidrofobik özellikteki bakterilerin hidrofobik yüzeyleri, hidrofilik özellikteki bakterilerin hidrofilik yüzeyleri tercih ettiği belirtilmektedir (50). Bakteri yüzeylerinde bulunan adezin proteinlerinin de hidrofobik özellikte olduğu tespit edilmiştir (51, 52).

Bakterilerin yüzey elektrik yükü, malzeme ve bakteri arasındaki elektrostatik etkileşimlerden sorumludur (53). Bakterinin zeta potansiyeli adı verilen bu yük değeri bakterinin türüne, büyüme ortamının etkisine, bakteri yaşına ve yüzey yapısına bağlı olarak değişmektedir. Sıvı ortamda bakteriler her zaman negatif yüke sahiptir. Hidrofobik bakteriler daha yüksek negatif yüzey yüküne sahiptir. Negatif yükü fazla olan bakteriler pozitif yüklü yüzeylere daha kuvvetle yapışır. *Streptococcus sanguis* ve *S. mutans*' in zeta potansiyelinin diğer streptokoklardan daha düşük olduğu, yani negatif yükünün daha fazla olduğu bildirilmiştir (54, 55).

2.4.2.3. Malzemenin Yüzey Enerjisi ve Elektrik Yükü

Yüzey enerjisinin bakteri adezyonu üzerindeki etkilerini birçok çalışma incelemiştir (16, 56). Serbest yüzey enerjisi yüksek olan malzemelerin ıslanma temas açısı düşüktür, hidrofilik malzemelerdir, negatif yüke sahiptirler ve genellikle cam, metal ve mineraller gibi inorganik maddeleri içerirler. Serbest yüzey enerjisi düşük olan malzemeler ise kısmen hidrofobiktir, elektriksel yükü yüksektir ve genellikle plastikler gibi organik polimerleri içerirler (16, 41). Hidrofobik yüzeylerin bakteriyel adezyon açısından hidrofilik yüzeylerden daha uygun olduğu görülmüştür (41, 57). Daha hidrofilik olan metal kaidenin daha hidrofobik olan akrilik kaideden daha az bakteri adezyonu gösterdiği bildirilmiştir (41). Malzemenin ıslanma temas açısı arttıkça, yani hidrofobikleştikçe, yüzeye yapışan *S. mutans* sayısının arttığı belirtilmiştir (53). Buna karşılık Quirynen ve arkadaşları (58), serbest yüzey enerjisi düşük yüzeylerde daha az plak birikimi olduğunu belirtmişlerdir. Yüzey enerjisinin bakteri adezyonu üzerindeki

etkilerini inceleyen çalışmalar, bu konuda ileri arařtırmaların gerektiđini vurgulamaktadır (16, 37, 59).

Malzemenin sahip olduđu elektrik yk (malzemenin zeta potansiyeli) de adezyonda etkili bir yzey özelliđidir. Bu deđer ne kadar yksek ise malzeme o kadar pozitif ykldr ve bakteri adezyonu aısından o kadar elveriřlidir. rneđin kompozit dolgu maddelerinde zeta potansiyeli yksektir. Zeta potansiyeli yksek olan malzeme negatif ykl bakterilerle elektrostatik etkileřime girerek kendisine daha fazla bakterinin yapıřmasını sađlar. Yapılan alıřmalar zeta potansiyeli ile yapıřan bakteri sayısı arasında pozitif bir korelasyonun varlıđını bildirmişlerdir (53).

2.4.2.4. Malzemenin Cinsi

Bakteriler farklı malzemeler zerinde farklı miktarda adezyon gsterirler (60, 61). Malzemenin kimyasal özellikleri hem pelikl oluřumunu ve kompozisyonunu, hem de oluřan plađın kompozisyonu ve miktarını etkilemektedir (34). Malzemenin kimyasal yapısı ayrıca yzey enerjisi ve yzey elektrik yk gibi bakteriyel adezyonda etkili olan diđer faktrleri de etkiler. Birok alıřma, malzemenin yzey kimyasının bakteriyel adezyonda etkili olduđunu belirtmiřtir (56, 60, 61).

2.4.2.5. Yzey Przllđ

Tarayıcı elektron mikroskobu ile yapılan alıřmalarda bařlangı bakteriyel adezyon ve kolonizasyonun, yzey dzensizliklerinin tabanında meydana geldiđi grlmřtr. Bu blgelerde bakteriler uzaklařtırıcı kuvvetlerden korunarak daha gl bir bađlantı kuracak zamanı bulabilmektedirler (29, 30, 62). Dental malzemeler zerinde yrtlen bakteriyolojik alıřmalarda, belirgin olarak przl yzeylerin hem bakteri hem de plak birikimini artırdıđı gsterilmiřtir (8, 63). Bunun sebebi olarak, yzeydeki dzensizliklerin bakterileri makaslama gerilimlerinden ve tkrđn yıkayıcı etkisinden koruyarak adezyon iin kapalı bir alan yaratması gsterilmektedir (8, 56).

Ađız ii yapıların przllđ hem diř rkleri, hem de periodontal hastalıklardan sorumlu olan dental plak adezyonunda etkilidir. Arařtırmacılar yzey przllđnn bakteriyel adezyon zerinde, yzey enerjisinden daha etkili olduđunu belirtmişlerdir (63-65). Bu nedenle ađız ii restoratif malzemelerin mutlaka polisajlı yzeye sahip olması gerektiđi vurgulanmıřtır (63). Ancak ortalama przllđn 0.2 μ m'nin altında olduđu przllđ deđerlerinde yzey przllđ ve bakteri adezyonu arasındaki

dođru orantının bozulduđu ve malzemenin etkisinin daha ön planda olduđu belirtilmektedir (63, 64).

2.4.2.6. Genel Çevresel Faktörler

Sıcaklık, nem, besin maddelerinin fazlalığı ve bunların uzun bir süre var olması ağızda bakterilerin kolayca üremesi ve yapışması için ortam hazırlar. Ağız hijyeninin yetersiz oluşu, fırça ve diş ipi gibi hijyen araçlarının etkili kullanılamaması, temizlenmesi zor bölgelerin ve çapraşıklılıkların olması bakteriyel adezyonu kolaylaştırır. Bunun yanı sıra ağızda bakteriyel adezyona karşı koyan faktörler de vardır. Yanak, dudak, dil hareketleriyle kasların çalışması, tükürük akışı, lifli gıdalarla beslenme ve iyi hijyen alışkanlıkları bakterilerin yüzeye adezyonunu zorlaştırır (29).

2.5. İN VİTRO ORTAMDA BAKTERİ ADEZYONUNUN İNCELENMESİ

İn vitro ortamda bakteri adezyonunun değerlendirilmesinde birçok yöntem ve model tasarımı geliştirilmiş olmakla beraber deneylerin çođu ortak aşamalardan oluşmaktadır.

2.5.1. Bakterilerin Seçimi

İn vitro ortamda yapılacak bakteri adezyon deneyleri için ilk aşama kullanılacak bakterilerin seçimidir. Bakteriler direkt olarak ortam veya hastadan klinik olarak elde edilen materyalden izole edilebildikleri gibi (36), ATCC (American Type Culture Collection) veya NCTC (National Collection of Type Cultures) gibi uluslararası standartlara sahip büyük laboratuvarların izole ettikleri standart suşlardan da temin edilebilirler. Uluslararası standartta suşların oluşturulmasındaki temel amaç optimum sonuçların eldesi için bakterilerin dikkatle seçilmesi ve izole edilmesi gerekliliğidir. Uygun olmayan koşullarda izole edilen bakteriler kapsüllerini veya koruyucu tabakalarını yitirebilmektedir (47). Dental malzemeler üzerinde yapılan bakteri adezyon deneylerinde *S. mutans* bakterisine ait ATCC 25175 (8), DSMZ 20523 (66), NCTC 10449 (67) , ATCC 35668 (68) gibi çeşitli uluslararası standartta suşlar kullanılmıştır.

2.5.2. Besi Yerlerinin Kullanımı

İn vitro ortamda bakterileri üretebilmek için besi yerlerine ihtiyaç duyulur. Besi yerleri mikroorganizmaların gelişip üreyebilmeleri için gerekli olan temel maddeleri içeren, gerektiğinde üremeyi kolaylaştıran kan, serum, glikoz gibi maddeler ilave edilerek hazırlanan sıvı veya katı ortamlardır (69). Mikroorganizmalar ilk olarak Robert Koch tarafından 1876 yılında besi yerinde üretilmişlerdir. Günümüzde, çeşitli

mikroorganizmaların izolasyonuna ve tanımlanmasına yönelik çok sayıda besi yeri çeşidi kullanılmaktadır (52).

Besi yerleri temelde sıvı veya katı olarak ikiye ayrılır. Sıvı besi yerlerinde bakteriler oksijen ihtiyaçlarına göre dipte çöküntü yaparak (anaerob), yüzeyde zar oluşturarak (aerob), homojen bulanıklık meydana getirerek (fakültatif aneoroblar) veya yüzeyin hemen altında ince bir tabaka halinde (mikroaerofilik) ürerler (69). Mikroorganizmalar, kaynakların tümünden yararlanabildiklerinden sıvı besi yerinde daha yoğun üreme gösterirler (52).

Katı besi yerleri, sıvı besi yerlerine %2 agar-agar ilavesi ile hazırlanır. Agar-agar 95°C de eriyip 42°C de katılaşıp, Hindistan ve Japon denizlerinde daha bol bulunan bir deniz yosunudur. Agarın yapısında, temelde, d-galaktopiranoz ünitelerinden yapılmış uzun zincirli polisakkaritler bulunmaktadır. Agarın, sıvı besi yerine ilave edilmesi besi yerini katılaştırır (69). Agar, mikrobiyolojide besi yerlerinin hazırlanmasında en çok kullanılan maddedir. Katı besi yerleri, bakteri üretilmesi yanında, türlerin ayırt edilmesi ve saf kültür elde etme olanaklarını sağlar. Kanlı agar, agar besi yeri ortamına %5-10 oranında kan ilavesi ile hazırlanır. Amaca göre koyun, tavşan, at, insan kanı kullanılabilir. Kanlı agar klinik mikrobiyoloji laboratuvarlarının temel besi yerlerindedir. Çünkü klinik önemi olan bakterilerin çoğu, bu besi yerinde iyi üreme gösterirler (16). Katı besi yerini oluşturacak malzemeler bir araya getirildikten sonra otoklavda steril edilir ve petri kutularına dökülür. Hazırlanan besi yerleri soğuduktan sonra, buzdolabında saklanır. Yeni hazırlanmış besi yerleri en fazla 15 gün içinde kullanılmalıdır. Katı besi yerleri üzerindeki bir bakteri uygun üreme süresi sonunda (insanda hastalık yapan bakterilerin çoğu için bu süre 18-24 saattir) gözle görülebilen ve “koloni” adı verilen bir bakteri kümesini oluşturur (69). Her bir mikroorganizmanın bir koloni oluşturduğu kabul edilir. Kolonilerin özellikleri, bakteri türlerinin tanımlanmasında önemli bilgiler verir (52). Her bakteri türünün katı besi yerinde oluşturdukları kolonilerin morfolojileri bellidir. S tipi koloni en yaygın görülen bakteri kolonisi tipidir ve streptokoklar da S tipi koloni oluştururlar. Buradaki S harfi ingilizcede “smooth” sözcüğünün ilk harfidir. Bu koloninin morfolojik özelliği düzgün, genellikle yuvarlak, hafif kabarık, homojen görümlü, nemli ve krem kıvamında olmasıdır (69).

2.5.3. Besi Yerine Ekim Yapılması

İn vitro bakteri adezyon deneylerinde, bakterilerin üretilmesi, deney örneklerinin bakteriler ile temas edebilmesi veya bakterilerin sayılabilmesi için besi yeri yüzeyine ekim yapmak gerekebilir. Ekim yapmak için öze (uç kısmı halka şeklinde olan ve ortamdaki örnek alıp ekim yapmaya yarayan alet), eküvyon (uçlarına su emici pamuk sarılmış çubuk) veya baget (ucu kıvrılmış çubuk) kullanılabilir. Katı besi yerinde seyrelterek, yaygın veya yoğun olarak ekim yapılabilir. Seyrelterek ekimde petri kutusu, hayali olarak dört alana bölünür ve öze veya eküvyon yardımıyla alınan örnek, ilk alana sürüldükten sonra, bu alanın köşesine dokunularak ikinci alana ve aynı şekilde zigzaglı çizgiler ile diğer alanlara yayılır. Yaygın ekim, sıvı örneklerdeki mikroorganizma yoğunluğunu koloni oluşturma yoluyla sayabilmek amacıyla kullanılır. Yoğun ekim, bakterileri besi yerine homojen yayabilmek için yapılır ve genellikle antibiyotik duyarlılık testlerinde kullanılan disk difüzyon tekniğinde uygulanır. Burada 0,5 McFarland bulanıklığına eş değer yoğunluktaki bakteri süspansiyonundan alınan sıvı, besi yeri yüzeyine konulur ve petri kutusu çevrilerek bakterilerin tüm alana eşit yoğunlukta ekilmesi sağlanır (16).

2.5.4. Bakteriyel Adezyonunun Sağlanması

Bu amaçla birçok in-vitro model geliştirilmiştir. Bu modeller statik veya dinamik bir ortam yaratarak bakterilerin test örnekleri ile temasa geçmesini sağlar. Statik ortamda bakteriler kültür tüpleri, petri kutuları veya mikro plateler gibi ticari olarak mevcut bulunan yüzeylerde besi yeri içerisinde üretilir ve test örneği bu bakteriler ile temas ettirilir. Dinamik ortamda bakteri adezyon testi, akım koşulları altında gerçekleştirilir. Dönen disk aparatı, paralel plaklı akım odaları, laminar akım sistemleri gibi özel tasarlanmış sistemler ile test örneği devamlı bir akım sisteminin bir parçası haline getirilir. Test örneği üzerinden sıvı besi yeri ve bakteri içeren sıvı istenilen oranlarda ve hızda akım halinde geçirilmektedir. Dinamik sistemlerin statik sistemlere göre avantajları; deney süresinin arttırılmasına olanak sağlayarak bakterilerin geç dönem adezyon miktarının belirlenmesini sağlamak (8), kontrollü makaslama kuvvetleri ile kitle hareketi sağlamak ve yapışan bakterilerin yüzeyinde hava-likit ara yüzünü önlemektir (47).

2.5.5. Bakterilerin Uzaklaştırılması

Sayım işlemi için bakterilerin deney örneği yüzeyinden uzaklaştırılması gerekiyorsa, bu amaçla vortex ile homojenizasyon, ultrasonik enerji ile sonikasyon, kimyasal madde kullanımı veya kazıma yöntemleri tek başına veya kombine olarak kullanılabilir. Kimyasal madde kullanımı bakteriler üzerinde zararlı etki yapabilmektedir (47). Bazı araştırmacılar sonikasyon metodunun malzeme yüzeyinden bakterilerin uzaklaştırılması için en etkili yol olduğunu belirtmişlerdir (47, 70). Sonikasyon metodu; 20 kHz üzeri ultrasonik enerji etkisi ile, bakteri ve biyofilm tabakasının yüzeyden uzaklaştırılması esasına dayanır (70). Sonik titreşimler bakteri-pelikül-malzeme ara yüzeylerine etki ederek deney örneğine yapışan bakterilerin yüzeyden uzaklaşmasını sağlar (53). Ultrasonik banyolar sonikasyon metodu için en sık kullanılan cihazlardır (70).

2.5.6. Bakterilerin Sayımında Kullanılan Yöntemler

İn vitro bakteri adezyon deneylerinde kullanılmak üzere çok sayıda bakteri sayım yöntemi mevcuttur.

2.5.6.1. Mikroskopik Sayım Yöntemleri

Işık mikroskobu, karanlık alan mikroskobu, faz kontrast mikroskobu, floresan mikroskobu, konfokal lazer floresan mikroskobu, elektron mikroskobu gibi çeşitli mikroskop şekilleri bakterileri incelemede kullanılmaktadır (16). Bakteri adezyon miktarı incelenen katı örnek, sayım için direkt mikroskop altında incelenebildiği gibi (71, 72), yapışan bakteriler sıvı ortama ve sonrasında lama aktarılarak da sayım işlemi gerçekleştirilebilir (73). Eğer katı örnek ışık geçirgenliğine sahipse, ışık mikroskopu altında doğrudan sayım yapılabilir (47). Örnek ışık geçirgenliğine sahip değilse genellikle yukarıdan ışık veren sistemler veya floresan sistemler kullanılır (40).

Sayım amacıyla bakterilerin görülebilmesi için çeşitli preparat boyaarı kullanılabilir. Sadece canlı bakterileri boyayan özel floresan boyalar (Floroscein diasetat gibi) ve buna uygun özel mikroskop sistemleri (Floresan veya konfokal lazer floresan mikroskobu) kullanılmadığı sürece, mikroskopik sayım yöntemleri ile canlı ve ölü bakterilerin ayırımı yapılamamaktadır (40, 73).

Mikroskopla sayım sisteminde sadece mikroskobun görüş alanında bulunan bakteriler sayılabilmektedir. Mikroskobun görüş alanı dikkate alınarak, tüm örnek yüzeyine yapışan bakteri sayısı hesaplanır (73). Eğer örnek üzerinden direkt ölçüm yapılıyorsa,

çok sayıda ölçümün ortalaması alınmalıdır. İncelenen alanın küçük olması, bakterilerin homojen bir şekilde dağılmamış olması veya kümeleşmesi hatalı değerlendirmelere yol açabilir (47).

2.5.6.2. Koloni Sayım Yöntemi

Bu yöntem, bakterilerin sayımı için uygulanan en temel metottur (47). Burada mikroskopta ölü veya canlı olduğu ayırt edilemeyen bakteri hücrelerinin, belirli bir süre sonunda katı besi yerinde oluşturdukları koloniler sayılır. Ekimi yapılan örnekte bulunan bir adet canlı bakteri hücresi, uygun inkübasyon süresi sonunda gözle görülebilir bir adet koloni oluşturur. Böylece besi yeri üzerindeki kolonilerin sayımı ile başlangıçta ekimi yapılan materyalde kaç tane canlı bakteri olduğu belirlenir (74). Sayılan kolonilerin her biri “koloni oluşturan birim” (colony forming unit: cfu) olarak adlandırılır (75).

Koloni sayımı amacıyla bakteri içeren sıvı dökme plak veya yüzeye yayma yöntemlerinden biriyle katı besi yeri yüzeyine aktarılabilir. Dökme plak yönteminde bakteri içeren sıvı ile eritilmiş agar besi yeri steril bir petri kabında karıştırılır. İnkübasyon periyodundan sonra koloniler sayılır (47). Yüzeye yayma yönteminde bakteri içeren orijinal sıvı eğer çok fazla bakteri içeriyorsa mikropipetler yardımıyla bir seri seyreltme işlemine tabi tutulur. Genel kural olarak orijinal solüsyon veya bunun bir kısmı her seferinde 1/10 olacak şekilde seyreltilir. Bu seyreltme işlemine “mikrodilüsyon tekniği” adı verilir. En yüksek seyreltmeden başlanarak ve her seyreltiden bir miktar (genellikle 100 µl) alınarak katı besi yeri üzerine yayma metodu ile ekim yapılır. Uygun inkübasyon süresi sonunda koloniler gözle veya koloni mikroskobu ile sayılır. Gözle sayım işlemi için 30-300 arası koloni bulunan petriler tercih edilir. Elde edilen sayı yardımıyla orijinal sıvıdaki bakteri sayısı cfu/ml olarak hesaplanmaya çalışılır (75).

Belirli sayıda koloni içeren petrilerde sayım yapılmasının nedeni, kolonilerin gözle rahat sayılabilmelerini sağlamak ve yöntem hatalarını azaltmaktır. Petri kabındaki koloni sayısı çok azalır ise yöntem hatası ihtimali artar. Yöntemden kaynaklanan hataları minimuma indirmek için mikrodilüsyon işlemi sırasında çok hassas davranılmalıdır. Dilüsyon tüpleri arasında bakteri transferini önlemek için her seferinde yeni pipet ucu

kullanılmalıdır. Pipet ucu solüsyon içerisine fazlaca daldırılmamalı ve tüpler yeterince vortekslenmelidir.

Koloni sayım yöntemi özel bir ekipman ve pahalı cihazlar gerektirmemesi ve kolay uygulanabilmesi açısından avantajlıdır. Ancak yöntemin uygulanması zaman alıcıdır. Biyomateryal yüzeyinde gerçekleştirilen bir çok bakteri adezyon çalışması koloni sayım yöntemi ile gerçekleştirilmiştir (16, 76).

2.5.6.3. Radyoaktif İşaretleme Yöntemi

Burada bakteriler radyoaktif bir madde ile işaretlenir (74). Hassas ve oldukça güvenilir bir yöntemdir ve çok sayıda örneğin kısa sürede sonuçlanabilmesi avantajı vardır. Ancak özel laboratuvar şartları gerektirmesi ve radyoaktif maddelerle uğraşmanın araştırmacılar için risk oluşturması gibi dezavantajları, bu yöntemin kullanımını sınırlamaktadır (16, 38).

2.5.6.4. Dolaylı Sayım Yöntemleri

Burada bakteri sayısı rakamsal olarak elde edilmez. Çeşitli kriterlere göre karşılaştırma yapılarak bakteri miktarı belirlenir. Bu yöntemler şunlardır:

- a. Total hacim tayini: Bakteri içeren sıvı kuvvetlice santrifüj edilir ve tüpün dibinde çökelen hacim yoluyla bakteri miktarı tayini yapılır (16, 38).
- b. McFarland tüpleri ile karşılaştırma: McFarland bulanıklık standartlarına uygun olan tüplerin bulanıklıkları, bakteri süspansiyonlarının bulanıklıkları ile karşılaştırılarak bakteri sayısı hakkında bilgi edinilir. Çeşitli bakteriler için tüplerin karşılığı, 1 ml' deki bakteri sayıları olarak bilinmektedir (16, 38, 73).
- c. Biyokimyasal metot: Bakterilerdeki nitrojen, karbon, DNA, RNA ve diğer maddelerin miktarları ölçülerek bakteri miktarı hakkında fikir edinilir (16, 38).
- d. Kuru ağırlık tayini: Bakteriler 1200°C'de bırakılarak kurutulur ve sabit ağırlık elde edilince kurutulmaya son verilerek ağırlık ölçülür (16, 38).
- e. Spektrofotometre: Spektrofotometre cihazları yardımıyla optik veya floresan yoğunluk ölçümü yapılarak bakteri yoğunluğu karşılaştırılabilmektedir. Canlı bakterileri boyayan özel floresan boyalar ile direkt örnek üzerinden canlı bakterilerin floresan yoğunluğu ölçülebilmektedir (61). Bu ölçümün yapılabilmesi için spektrofotometre cihazında floresan yoğunluk ölçümü yapabilme özelliği olmalıdır. Bu özelliğin olmadığı

cihazlarda deney örneğindeki bakteriler sıvı ortama aktarılarak, bakteri içeren sıvının ışık geçirgenliğine bağlı olan optik yoğunluğu ölçülebilir. Sıvı ortamda bakterilerin sayısı arttıkça, sıvının bulanıklığı artmaktadır. Böylelikle içerisinde farklı sayılarda bakteri bulunan sıvılar optik yoğunluk farkına dayanarak kıyaslanabilirler. Ancak burada canlı ve ölü bakteri ayrımı yapılamamaktadır. Ayrıca sadece bakteriler değil, sıvı içerisindeki yabancı partiküller, bakterilere ait toksik ürünler, parçalanmış bakteri artıkları sıvının yoğunluğunu arttırmaktadır (38).

2.6. YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ

2.6.1. Genel Bilgiler

Yüzey pürüzlülüğü malzemenin kendi özelliklerine veya elde edilme yöntemine bağlı olan yüzey dokusundaki düzensizlikleri tanımlar. Belirlenmiş mesafe aralıklarında yüzeyin taranması ile elde edilen çeşitli parametreler yüzeyin pürüzlülüğünü açıklamak için kullanılmaktadır. Sıklıkla kullanılan parametreler Ra, Rmax ve Rz parametreleridir. Ortalama yüzey pürüzlülüğü olarak tanımlanan “Ra (Roughness average)” parametresi belirli bir ölçüm mesafesinde, tüm yüzey düzensizliklerinin (yükseklik ve derinliklerinin) mutlak toplamlarının aritmetik ortalamasını ifade eder. Yüzey pürüzlülüğünün ifadesi için uluslararası kabul görmüş ve en sık kullanılan parametre Ra’dır (41, 77, 78). Dental literatürde de yüzey pürüzlülüğünün incelenmesinde genellikle Ra parametresi kullanılmıştır (41, 56, 78, 79). Rmax, ölçüm mesafesindeki en yüksek ve en derin noktalar arası farkı; Rz ise, ölçüm mesafesindeki birbirini izleyen 5 maksimum yükseklik ve derinliğin ortalamasını ifade etmektedir (41). Rz ve Rmax parametreleri Ra ile elde edilemeyen pürüzlülük tipine ait ilave bilgi sağlayabilir (80).

2.6.2. Yüzey Pürüzlülüğü Ölçüm Yöntemleri

Dental malzemelerde yüzey pürüzlülüğünü değerlendirmek için görsel inceleme, profilometre analizleri ve mikroskopik değerlendirme yöntemleri kullanılabilir (78, 79, 81). Görsel inceleme örneğin büyüklüğü, içeriği ve yapısına bağlı olarak hataya daha yatkındır ve hassasiyeti oldukça azdır. Bilimsel açıdan profilometre analizleri ve mikroskopik değerlendirme yöntemleri daha uygun veriler sağlamaktadır (79, 81).

2.6.2.1. Profilometre Analizleri

Profilometre cihazları yüzey pürüzlülüğünün iki boyutlu ölçümünü sağlamak amacıyla üretilmiş, yüzey pürüzlülüğü ile ilgili değerleri rakamsal olarak verebilen, kullanımı

kolay ve dental malzemelerin pürüzlülüğünü değerlendiren çalışmalarda sıklıkla tercih edilen cihazlardır (41, 79). Yüzeyle temas eden iğne uçlu bir elmas tarayıcı veya yüzeyle temas etmeyen laserli bir tarayıcıya sahiptir. Tarayıcı parça örnekle yüzeyini sabit bir hız ve doğrusal bir ölçüm mesafesinde tarayarak yüzeydeki düzensizlikleri elektriksel akım farklılıkları olarak kaydeder. Dijital veya analog donanım ve yazılım kullanılarak elde edilen veriler grafiksel ve sayısal değerlere dönüştürülür. Profilometre cihazlarında ölçüm mesafesi ve cut-off değeri ayarlanabilmektedir. Cut-off değeri ölçüm uzunluğu boyunca yüzeyin kaç parçaya bölünerek ölçümlerin elde edileceğini belirtir. Profilometre cihazlarında yüzey pürüzlülüğü mikrometre cinsinden ölçülmektedir (77, 79, 81).

2.6.2.2. Mikroskopik Değerlendirme Yöntemleri

Mikroskopik olarak yüzey pürüzlülüğü, tarayıcı elektron mikroskobu (SEM) veya atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ile değerlendirilebilmektedir.

SEM ile malzeme yüzeyinin üç boyutlu görünümü elde edilir ve bu görsel bilgi üzerinden yüzey topografisi ve pürüzlülük hakkında yorumlama yapılabilir. Yüzey pürüzlülüğünün sayısal olarak değerlendirilmesi yapılamaz, sadece görsel değerlendirme yapılabilir. Ayrıca iletken olmayan örnekler ince bir metal ile (örneğin altın) kaplanmalıdır (40, 79). AFM ise, nanometre (nm) seviyesinde üç boyutlu topografik bir yüzey görüntüsü elde etmede ve yüzey pürüzlülüğünü ölçmede kullanılan bir sistemdir. Yüzey pürüzlülüğü parametreleri rakamsal olarak elde edilebilir. SEM'e göre daha büyük bir çözünürlük sağlar. Profilometre ve görsel değerlendirmeye kıyasla daha fazla detay verir. En önemli dezavantajı ölçüm yapılan alanın küçüklüğüne bağlı olarak ölçmede tekrarlanabilirliğin sağlanamaması ve pahalı oluşudur (79, 80).

2.7. YÜZEY KAPLAMA TEKNOLOJİLERİ

2.7.1. Genel Bilgiler

Malzeme yüzeyine yeterli kuvvetle bağlanan, bileşimi tümüyle farklı veya büyük ölçüde değişmiş bir tabaka oluşturma işlemine “yüzey kaplama işlemi” denir (82).

Malzemelerin istenilen özellik ve şartları sağlamaları her zaman mümkün olmamakta veya yüksek maliyet gerektirmektedir (83). Günümüz teknolojisi, tek bir malzemedan elde edilmesi mümkün olmayan çeşitli özelliklerin kombinasyonuna sahip malzemelere

ve dayanıklılığını kanıtlamış mevcut malzemelerin olumsuz özelliklerine çare oluşturacak, kolay ulaşılabilir ve ekonomik çözümlere ihtiyaç duymaktadır. Yüzey kaplama teknolojileri bu ihtiyaca cevaben endüstriyel alanda kendine yer edinmiştir (10, 83-86).

Malzemelerin yüzeyini istenilen şartlarda modifiye edebilmek, fonksiyon veya estetiğe uygun yeni özellikler kazandırabilmek eski çağlardan beri araştırma konusu olmuştur (87). Tarihsel açıdan en eski ve en yaygın kullanılan yüzey kaplama yöntemi boya ile kaplamadır. Geçmişte kaplamalar yüzeylerin görüntüsünü değiştirmek, süslemek veya korumak amaçlı kullanılırken günümüzde bu etkileri sağlamanın yanında malzemeye fonksiyonel özellikler kazandırmak için de kullanılmaktadır (83). Elektronik ve vakum teknolojisinde meydana gelen gelişmeler ile istenilen kalınlıkta ve dayanıklı kaplamaların üretimine olanak sağlayan modern kaplama yöntemleri tanımlanmış ve “yüzey mühendisliği” adı verilen yeni bir çalışma alanı oluşmuştur. Günümüzdeki modern kaplama teknolojilerinde kullanılan yöntemlerin temel prensipleri 1920’lerde ortaya konmuş olmasına rağmen, ticari olarak yaygınlaşması 1950’lerden sonra olmuştur. Geliştirilen yeni yöntemler ve kaplama malzemeleri ile günümüzde yüksek kalitede kaplamalar üretilebilmektedir (10).

Yüzey kaplama uygulamaları birçok alanda kullanılmaktadır. En basit örnek olarak bir duvarın yüzeyi boya, otoyollardaki korkuluklar çinko ile kaplıdır. Banyo aksesuarları ve metal mutfak gereçleri krom ile kaplanırken, süs eşyaları ve takılar ise gümüş veya altın ile kaplanmaktadır (83). Kaplama uygulamaları sayesinde malzemeye kendi özelliklerinden bağımsız olarak yeni ve işlevsel özellikler kazandırılabilir. Örneğin bilgisayar CD’leri basit bir polikarbonat malzeme yüzeyine manyetik bir kaplama uygulanarak oluşturulmakta ve böylece veri kaydeden bir nesne haline getirilmektedir (88). Endüstriyel alandaki kullanımının yaygınlaşması ve sağladığı avantajlar, yüzey kaplama teknolojilerinin biyomedikal alanlarda da kullanımına ışık tutmuştur. Özellikle implant gibi biyomateryallerin kaplanması sonucunda yüzeydeki biyoreaksiyonların, aşınma ve korozyon gibi davranışların belirgin şekilde değiştirilebildiği birçok araştırma ile ortaya konulmuştur (89-91). Genel olarak baktığımızda yüzey kaplama teknolojileri; aşınma, çizilme ve sürtünmeyi azaltma (10, 84, 92), korozyondan koruma, dekoratif görünüm kazandırma (10, 82, 92), optik, termal veya elektriksel özellikler gibi fonksiyonel özellikleri geliştirme (10, 82,

93), biyouyumluluk sağlama (89-91, 94) ve antibakteriyel etki gibi yeni özellikler kazandırma (95) amacıyla endüstrinin çeşitli dallarında ve biyomedikal alanda yaygın olarak kullanılmaktadır.

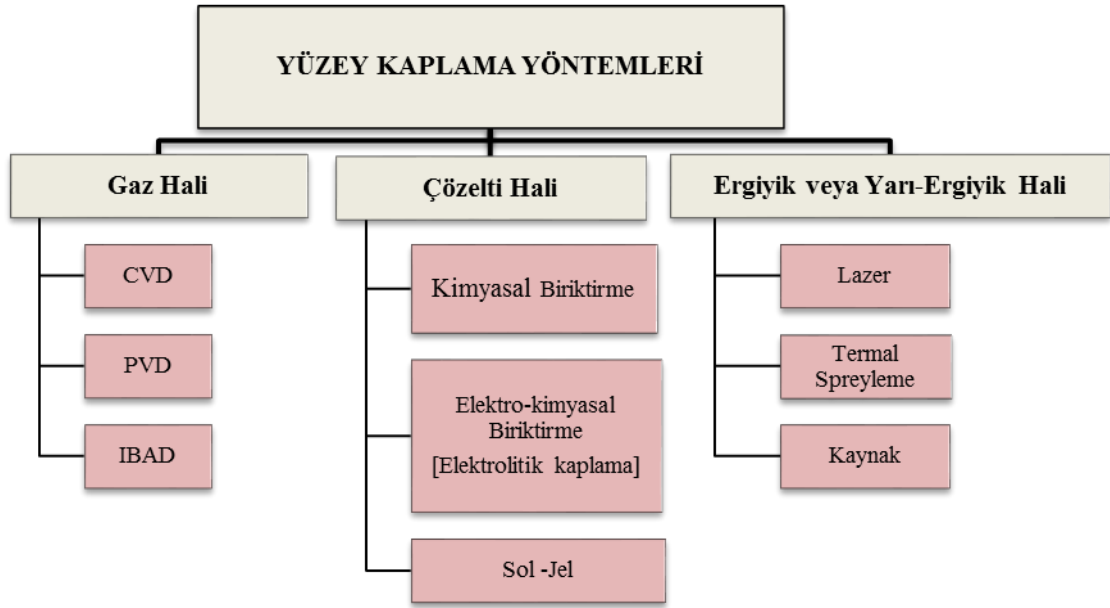
Yüzey kaplama işlemlerinde yüzeyi kaplanacak olan malzeme “taban malzemesi”, uygulanan kaplama “kaplama malzemesi” olarak adlandırılır. Kaplanmış bir malzemenin enine kesiti; kaplamanın yüzeyi, kaplamanın kendisi, taban malzeme-kaplama ara yüzü ve taban malzemesi olarak dört temel bölümde incelenebilir (Şekil 2. 1). Her bir bölüm, kaplanmış malzemenin davranışı üzerinde farklı etkilere sahiptir. Kimyasal reaktivite ve pürüzlülük kaplamanın yüzeyi tarafından, sertlik, elastiklik, kırılma dayanımı, termal stabilite ve termal iletkenlik kaplamanın kendisi tarafından, taban malzemeye yapışma kuvveti taban malzeme-kaplama ara yüzü tarafından, termal genişleme katsayısı, kırılma dayanımı, sertlik ve elastisite ise taban malzemesi tarafından etkilenen özelliklerdir (10). Seçilen kaplama yöntemi ve parametreleri (sıcaklık, voltaj, akım, basınç gibi kaplama türüne özgü uygulama koşulları) kaplamanın yüzeyini, kendisini ve taban malzeme ile olan ara yüzdeki yapışmayı etkilemektedir (10, 84).



Şekil 2. 1: Kaplanmış bir malzemenin enine kesiti

2.7.2. Yüzey Kaplama Yöntemlerinin Sınıflandırılması

Yüzey kaplama yöntemlerine ait çeşitli sınıflandırmalar olmakla beraber en yaygın kullanılanı Rickerby ve Matthews tarafından 1991 yılında oluşturulmuş olan Şekil 2. 2'deki sınıflandırmadır (10, 84, 85, 92).



Şekil 2. 2: Yüzey kaplama yöntemlerinin genel sınıflandırılması (10)

Bu sınıflandırmada kaplama yöntemleri kaplama malzemesinin bulunduğu fiziki hale göre 3 temel gruba ayrılmıştır. Kaplama malzemesi gaz halinde, çözelti halinde, ergiyik veya yarı ergiyik halde yüzeye kaplanabilir. Kaplama malzemesi gaz haline getirilerek taban malzeme yüzeyine kaplanacaksa kimyasal buhar biriktirme (CVD), fiziksel buhar biriktirme (PVD) veya iyon demeti destekli biriktirme (IBAD) yöntemlerinden biri; çözelti haline getirilerek kaplanacaksa kimyasal biriktirme, elektro-kimyasal biriktirme veya sol jel yöntemlerinden biri; ergiyik veya yarı ergiyik hale getirilerek yüzeye kaplanacak ise lazer, termal spreyleme veya kaynak yöntemlerinden biri kullanılabilir (10).

Her kaplama yönteminin kendine özgü avantaj ve dezavantajları vardır. Aynı kaplama malzemesi kullanılıyor olsa bile uygulanan yöntem farklılığından, hatta aynı yöntemde bile parametre farklılıklarından kaynaklanan değişimler kaplamanın yüzey özelliklerini ve kimyasal davranışlarını etkileyebilmektedir (10, 84, 96). Kaplamanın tanecik boyutu ve şekli, porözite boyutu ve dağılımı, kaplamadaki boşluklar, düzensizlikler, çatlak ve çukurların varlığı ve oluşan gerilmeler gibi mikroyapısal özellikler uygulanan yöntem ve parametrelerden etkilenmektedir (10, 96). Parametre değişimlerine bağlı olarak bazı özelliklerde iyileşme olurken, bazılarında azalma olabilmektedir. Yapılan araştırmalar farklı kaplama malzemelerini ortaya koymanın yanı sıra, parametre değişimlerinin

etkisini inceleyerek kaplama özelliklerini değiştirmeyi ve böylelikle arzu edilen özelliklere biraz daha yaklaşmayı hedeflemektedir.

2.8. ÇALIŞMADA KULLANILAN YÜZEY KAPLAMA YÖNTEMLERİ

2.8.1. Elektrolitik Kaplama Yöntemi

2.8.1.1. Genel Bilgiler

Elektrolitik kaplama yöntemi; metalik veya metalik olmayan bir malzeme yüzeyine elektrokimyasal metotlarla metalik film oluşturulması esasına dayanan bir yöntemdir. Bu yöntem literatürde “elektro kaplama” veya “galvano kaplama” isimleri ile de anılmaktadır (10, 87, 97-99). Elektrolitik kaplama günümüzde birçok endüstri kolunda kullanılmakta ve ülkemizde en yaygın uygulanan kaplama yöntemlerinin başında gelmektedir (87, 88). Elektrolitik kaplama yöntemiyle pek çok metal (Au, Ag, Cr, Ni, Zn, Pd, Pt, Sn, Pb vb.) ile bazı alaşımlar (pirinç, bronz, Sn-Pb, Au-Cu) saf bir şekilde (%1 den daha az yabancı element içerecek şekilde) malzeme yüzeyine kaplanabilir (82, 97, 98). Elektrolitik kaplama sisteminin başlangıcı 1800’lü yıllara kadar uzanır (99). Özellikle sert krom kaplama 1920’ lerden beri ticari olarak kullanılmaktadır (87, 97). Genel olarak elektrolitik kaplama korozyondan koruma, aşınmaya karşı direnç ve özellikle dekoratif amaçla tercih edilmektedir (87, 97, 100). Günlük yaşantıda yaygın olarak kullanılan çelik malzemeler krom veya alaşımları ile kaplanarak aşınma ve korozyona karşı korunmaktadır. Kalay, ambalaj sektöründe kullanılan teneke ürünlerin kaplanmasında, altın özellikle elektronik ve uzay sanayisinde iletkenliği arttırmak için, ayrıca gümüşle beraber takılar ve dekoratif kaplamalar için kullanılmaktadır. Makine parçalarında sürtünmeyi azaltmak ve aşınmayı önlemek amacıyla alaşım veya çok katlı kaplamalar elektrolitik yöntemle uygulanabilmektedir (93, 98).

Elektrolitik kaplama yöntemi ile malzeme yüzeyine iyi yapışan bir kaplama tabakası elde edilebildiği gibi, kaplama malzemesinin taban malzeme yüzeyine yapışması engellenerek, kaplama malzemesi tek başına bir kitle şeklinde de elde edilebilir. Elektro-şekillendirme (elektroforming) adı verilen kaplama malzemesini kitle şeklinde elde etme tekniği, aslında elektrolitik kaplama yöntemine ait bir uygulama alanıdır ve 19. yüzyıl başlarından itibaren kullanılmaktadır (98, 99). Elektrolitik kaplama yöntemi, hem yüzey kaplaması hem de elektro-şekillendirme amacıyla diş hekimliğinde pratik uygulaması olan bir yöntemdir (99, 101-103).

2.8.1.2. Elektrolitik Kaplama Yönteminin Teknik Özellikleri

Elektrolitik kaplama mekanizmasının temeli elektroliz olayına dayanır. Elektroliz; elektrik akımı yardımıyla, bir sıvı içinde çözülmüş kimyasal bileşiklerin ayrıştırılması işlemidir (82, 87).

Elektrolitik kaplama sisteminde kaplama işleminin gerçekleştiği ve elektrik akımını ileten sıvı ortama “elektrolit” veya “kaplama banyosu” adı verilir. Kaplama banyosu çoğunlukla çözülmüş durumda bir metal tuzu veya bileşimidir (82, 87, 93, 98). Kaplama çözeltisi içerisine anot ve katot yerleştirilir. Taban malzeme katota bağlanır. Anota ise kaplama metali veya çözünmeyen bir metal bağlanır. Eğer anot kaplama metali değilse, kaplama metali çözeltinin içerisinde. Anot ve katot, doğru akım kaynağına bağlanır. Elektrik akımı verildiğinde anotta çözünme, katotta ise kaplanma başlar. Taban malzemenin en azından yüzeyinin elektrik iletkenliği olması doğru akım devresinin tamamlanması için zorunludur. Bu nedenle elektrik iletkenliği olmayan malzemelerin kaplanmasında yüzeye iletken bir madde sürülür. Doğru akım kaynağından gelen elektrik akımının etkisi ile solüsyonun içindeki pozitif yüklü metal iyonları, negatif yüklü katota hareket ederler ve katota bağlı taban malzeme yüzeyinde iyonik ve metalik bağlar oluşturarak birikirler. Böylece kaplama işlemi gerçekleştirilmiş olur (82, 87, 93, 98).

Bu yöntemde çelik ve bakır metalleri kolayca, plastikler ve alüminyum özel işlem gerektirerek kaplanabilirler. Titanyum, molibden, tantalyum, cam gibi maddelerin ise kaplanmasında zorluklar vardır (97). Oluşan kaplama tabakasının niteliği büyük ölçüde kaplama parametrelerine ve kaplama banyosunun kimyasal bileşimine bağlıdır (87, 93, 98). Kaplama işlemi sırasında kaplama banyosunda gerçekleşen reaksiyonlar sonucu oluşan bazı indirgenme ürünleri banyonun bileşimini değiştirir. Kaplama banyolarının limitli ömrü, reaksiyon sonucu oluşan bu indirgenme ürünlerinin miktarına bağlıdır. İndirgenme reaksiyon ürünleri arttığında, kaplama için gereken koşullar olumsuz etkilenir ve yapısal hatalar meydana gelir (104). Kaplama banyosunun bileşimi, sıcaklık ve pH derecesi gibi etkenler sabit tutulduğu sürece kaplama kalınlığı; akım yoğunluğu, kaplanacak malzemenin yüzey alanı ve süreye bağlıdır (82). Elektrolitik kaplama yöntemi ile 2-50 µm arası istenilen kalınlıkta ince yüzey kaplamaları veya 12 mm kalınlığa kadar kitle şeklinde malzeme üretebilmek mümkündür. Kalınlık arttıkça korozyon ve aşınma direncinin iyileştiği belirtilmiştir (97, 102).

Elektrolitik kaplamada kaplamanın yüzey özellikleri esas olarak, kaplamanın kristal yapısına ve tanecik büyüklüğüne bağlıdır. Küçük kristalli yapı gayet düzgün, ince ve yapışık bir tabaka sağlar. Metali oluşturan kristal tanecikleri büyük olursa genellikle metal daha yumuşak olur ve kolay çekilir. Ayrıca donuk ve pürüzlü görünüşlüdür. Eğer tanecikler daha ince olursa metal daha sert, pürüzsüz ve parlak olacaktır. Bunların yanı sıra gözeneklilik de önemli bir parametredir. Daha ince kristal yapıları kaplamalar, kaba yapıllara göre daha az gözenekli olacaktır (87, 100). Kaplama banyosuna eklenen parlaticılar kristal yapısının çok fazla büyümesini engelleyerek; kristal boyutunun küçük olmasını ve böylece daha pürüzsüz ve parlak bir yüzey sağlarlar (87, 93, 100). Yüzey aktive edici solüsyonların kullanımı ise taban malzemenin ıslanabilirliğini ve kaplamanın yapışmasını artırır (87, 93).

Elektrolitik kaplama işleminde yoğun ve poröz olmayan kaliteli bir kaplama eldesi için çok aşamalı yüzey hazırlık işlemlerinin uygun bir şekilde gerçekleştirilmesi önemlidir. Günümüzde elektrolitik kaplamalar poröz ve çatlak içermeyecek şekilde üretilmektedir (97). Elektrolitik yolla üretilen metal, aynı metalin metalürjik teknikler ile üretilmiş halinden daha sert yapıdadır (98).

2.8.1.3. Elektrolitik Kaplama Yönteminin Avantaj ve Dezavantajları

Avantajları:

1. Yüksek saflıkta metalik yüzey kaplamaları veya kitle şeklinde metalik malzemeler elde etmek mümkündür (82, 97).
2. İnce taneli, poröz içermeyen, yüzeye güçlü yapışan, istenilen kalınlıkta ve parlak görünümde kaplamalar elde edilebilmektedir (87).
3. İstendiğinde çok katlı yüzey kaplamaları uygulanabilir (82, 97).
4. Uygulanması kolay ve ekonomiktir. Bazı kaplama tekniklerine göre (Örneğin buhar biriktirme teknikleri) daha az teknik bilgi ve ekipman gerektirir (97, 105) .
5. Kaplama özellikleri basit parametre değişimleri ve farklı solüsyonların ilavesiyle kolaylıkla kontrol edilebilir (97, 105).
6. Banyo boyutlarının izin verdiği ölçüde çok sayıda, büyük boyutlarda ve karmaşık geometriye sahip parçalar kaplanabilmektedir (97).
7. İşlem normal oda koşullarında gerçekleştirilir. Vakumlu veya özel bir ortam gerektirmez (97, 105).
8. Taban malzemesi yüksek sıcaklıklara maruz kalmaz (25-150 °C arası) (97, 105).

9. Elde edilebilecek kaplama kalınlığı aralığı diğer yöntemlerden daha geniştir (2-50 µm) ve kalın kaplama uygulamalarında diğer tekniklere göre daha başarılıdır (97).

10. Diş hekimliği açısından, klinik veya laboratuvarında kolaylıkla kullanılabilir boyutlarda, elektrolitik kaplama yapan özel cihazların ticari olarak mevcut olması uygulamayı kolaylaştırmaktadır (99).

Dezavantajları:

1. En önemli dezavantajı kaplama banyolarında kullanılan kimyasal maddelerin çevre kirliliğine yol açması ve bu sektörde çalışan personelin sağlığı açısından tehlike taşımıştır. Daha az hava ve su kirliliğine yol açan uygulamalar geliştirilmiş olsa da elektrolitik kaplama çevre koruma mevzuatına göre kirlilik açısından major bir kaynak olarak değerlendirilmektedir (97).

2. Taban malzemesinin ıslak ön işlemlere maruz kalması ve çeşitli kimyasallar ve asitlerle işlem görmesi özellikle titanyum esaslı malzemelerde problem oluşturabilmektedir. Ancak paslanmaz çelik gibi Ni ve Cr içeren alaşımlarda adezyon yönünden sorun oluşmadığı bildirilmiştir (97).

2.8.1.4. Elektrolitik Kaplamanın Diş Hekimliğinde Kullanımı

Elektrolitik kaplama yöntemi diş hekimliğinde yaklaşık 50 senedir uygulanmaktadır. Bu yöntemin diş hekimliğinde başlıca kullanım amaçları; elektro-şekillendirme yoluyla metal destekli seramik restorasyonlar için alt yapı üretilebilmesi ve soy olmayan dental alaşımlar üzerine çeşitli amaçlarla (korozyonun önlenmesi, alerjik etkinin önlenmesi, teleskop protezlerde sürtünmesel tutuculuğun artırılması gibi) kaplama uygulanmasıdır (99, 101, 106). Uygulamalarda en fazla kullanılan metal ise yüksek biouyumluluğu ve estetik görünümü nedeniyle altındır (99, 106, 107).

Altın, yumuşak ve biçimlendirilebilen bir metal türüdür. Atmosferik koşullar altında lekelenmez, korozyona uğramaz ve kimyasal aşınmaya maruz kalmaz (87). Ancak güçlü oksidasyon şartlarından etkilenebilir. Genel olarak lekelenmeye ve ağızdaki korozyon şartlarına yeterli direnç sağladığı için dental soy alaşımların ana bileşeni olarak kullanılmaktadır (1, 14, 108).

Elektrolitik kaplama yöntemiyle 24 ayar saf altın (%99,8) porözitesiz ve homojen bir şekilde elde edilebilmektedir (93, 98, 104). Dental işlemler için kullanılan banyodaki altın, amonyum-altın-sülfat bileşiminden $[(\text{NH}_4)_3\text{Au}(\text{SO}_3)_2]$ oluşan tuzların çözünmesi

ile elde edilir. Çözelti katodik altın-amin bileşiğine ve sülfid anyonuna ayrışır. Altın-amin bileşiği katot yüzeyinde saf altın kaplamayı oluştururken, amin banyoda indirgenme ürünü olarak kalır (93, 104).

Bir cm^2 'lik bir yüzeye altının elektro-depozisyonu, saniyede 28 ile 31 milyar altın atomunun çökmesiyle oluşur. Depozisyon sürecinde kristal örgü yapısında tabakalı gerinim oluşumuyla sertlik artar. Sürecin sonunda, 140 ile 160 Vickers sertliğinde altın depozisyonu elde edilir (102, 104).

Diş hekimliğinde siyanürsüz banyoların kullanıldığı ilk elektrolitik kaplama cihazı 1989 yılında Wialand Edelmetall firması tarafından üretilmiş ve teknolojiye ilerlemelerle Hafner, Gramm Technik ve Austenal adlı firmalar dental kullanıma uygun olarak hazırlanmış, yüzey kaplama ve elektro-şekillendirme fonksiyonları bulunan, kullanımı basit, düşük maliyetli ve az yer kaplayan yeni elektrolitik kaplama cihazlarını piyasaya sürmüşlerdir (99).

Dental literatürde elektro-şekillendirme ile altın alt yapı üretimi yüksek biouyumluluk, ince ve eşit kalınlıkta porözitesiz alt yapı sağlaması, döküm işlemini ortadan kaldırdığı için daha iyi marjinal uyum ve daha az laboratuvar işlemi, daha az diş kesimi, estetik görünüm ve nispeten makul üretim maliyeti nedeniyle önerilmektedir (99, 106). Soy olmayan alaşımların elektrolitik yöntemle altın kaplanması ise, korozyonun önlenmesi ve biouyumluluğun geliştirilmesi (109), alerjik reaksiyonların önlenmesi (102), teleskop protezlerde tutuculuğun artırılması (107) ve estetik görünümün sağlanması (102) amacıyla önerilmektedir.

2.8.2. Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemi

2.8.2.1. Genel Bilgiler

Fiziksel buhar biriktirme (PVD; Physical Vapour Deposition) yöntemi; vakum altında bulunan kaplama malzemesi (hedef malzeme) yüzeyinden buharlaştırma veya sıçratma ile atomların koparılması, bu atomların taban malzeme yüzeyine ulaştırılması ve taban malzeme yüzeyinde atomsal veya iyonik olarak biriktirilmesi esasına dayanan bir yüzey kaplama yöntemidir (84, 92, 110). Faraday'ın 1850 yılında metalleri vakum altında buharlaştırarak ürettiği kaplamalar PVD yönteminin ilk uygulaması olarak kabul edilir (84, 92). İkinci dünya savaşı yıllarında vakum teknolojisinde elde edilen gelişmeler neticesinde PVD tekniği endüstriyel alanda kullanılmaya başlanmış ve bazı üstün

özellikleri nedeniyle dünya üzerinde ticari olarak en yaygın kullanılan yüzey kaplama tekniği olmuştur (84, 92, 110).

PVD yöntemi ile genellikle yüksek sertlikte, aşınma ve korozyona dirençli aynı zamanda sürtünme katsayısını azaltan kaplamalar üretilmektedir (111). En önemli özellikleri yüksek sertlik ve biyouyumluluktur. 1980' lerden beri aşınmaya dirençli ince film kaplamalar olarak ortopedik implantlar, cerrahi enstrümanlar, ortodontik aletler ve dental enstrümanlarda kullanılmaktadır. Çok sayıda avantajlı özelliği ve düşük işlem sıcaklığı nedeniyle PVD kaplamaların diş hekimliğinde kullanılan malzemelere uygulanabileceği bildirilmiştir (112).

2.8.2.2. PVD Kaplama Yönteminin Teknik Özellikleri

PVD kaplama cihazı temel olarak, vakum ortamı sağlayabilen bir kabin (vakum odası) ve bu kabinin içerisine yerleştirilmiş enerji kaynağı bağlı hedef ve taban malzemelerinden oluşur. PVD yöntemi ile kaplama yapabilmek için katı haldeki hedef malzemenin vakum altında gaz fazına getirilmesi gerekir. Bu faz buharlaştırma veya sıçratma yoluyla elde edilebilir. Elde edilen gaz fazı, ortama verilen diğer bir reaktif gaz ile (nitrojen, oksijen, karbon..vs) reaksiyona giriyorsa yöntem "reaktif buharlaştırma" veya "reaktif sıçratma" olarak isimlendirilir (92). Her iki yöntemde de eğer taban malzemesine negatif voltaj (bias voltajı) uygulanarak atomlar iyonize ediliyorsa yönteme "iyon kaplama" adı verilir (84, 92). Bu sayede kaplamanın taban malzemeye daha kuvvetli yapışması sağlanır (84).

Buharlaştırma tekniği; en eski vakum biriktirme tekniklerinden biridir. Başlıca avantajı daha kolay uygulanması, düşük maliyetli ve hızlı olmasıdır. Ancak gaz fazına geçen atomların kinetik enerjilerinin düşük olması nedeniyle, genelde düşük kaplama yapışmasıyla sonuçlanır. Ayrıca, yüksek sıcaklık gerektirmesi, ince taban malzemelerinin eğrilip çarpılmasına neden olabilir ve metalik taban malzemelerini yapısal değişikliğe uğratabilir. Bu nedenle sıçratma tekniklerine göre daha az tercih edilir (84).

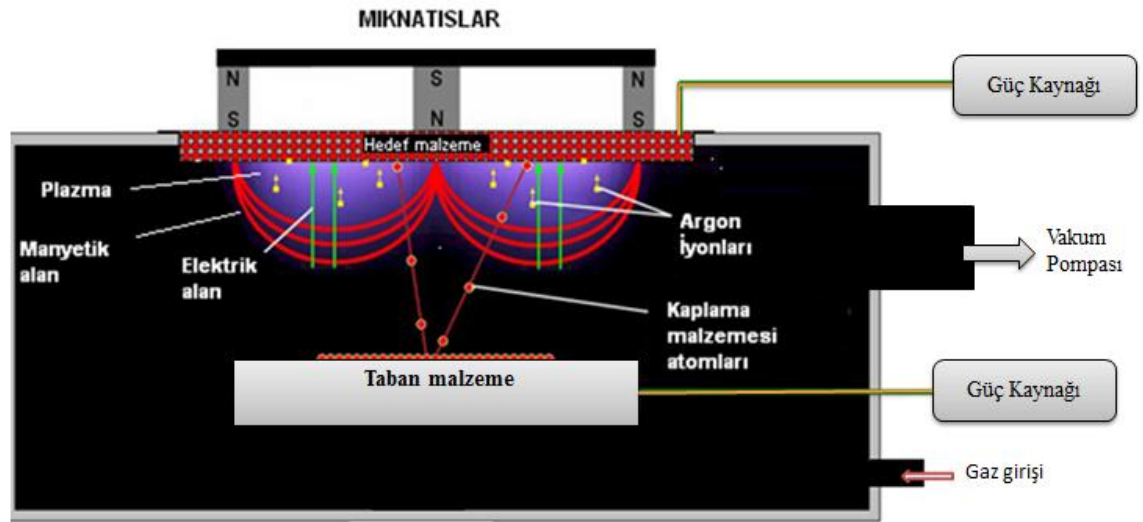
Sıçratma tekniğinde; hedef malzeme yüzeyi yüksek enerjili gaz iyonları ile bombardıman edilerek hedef malzeme yüzeyinden atom veya atom grupları kopartılır ve buhar fazına geçen kaplama malzemesine ait bu atomlar taban malzeme yüzeyinde biriktirilir (84, 85, 92). Maliyeti yüksek olmasına karşın en çok tercih edilen yöntemdir.

En önemli avantajı; farklı buharlaşma hızlarına sahip olan alaşımların, bileşimleri değişmeksizin başarıyla biriktirebilmesidir (85). Hedef malzeme gaz fazına kimyasal veya termal bir etkiden ziyade mekaniksel bir etkiyle geçtiğinden dolayı kaplama malzemesi zarar görmez, kaplama bileşimi yüksek bir hassasiyetle kontrol edilebilir (84). Sıçratılmış atomların ortalama enerjileri, buharlaştırma yöntemine daha fazla olduğundan maliyeti buharlaştırma yöntemine göre 3-10 kat daha yüksektir (84).

Sıçratma sistemi ile iyon kaplama yapılırken vakum pompaları yardımıyla vakum odası içerisindeki hava boşaltılır. Bunun nedeni gaz haline gelen kaplama malzemesinin atmosferdeki diğer atomlarla çarpışmasını, enerji kaybına uğramasını veya reaksiyona girmesini engellemektir (92). Vakum ortamı sağlandıktan sonra, plazma ortamı oluşturabilmek için ortama inert bir gaz (genellikle argon) verilerek vakum odasının basıncı bir miktar yükseltilir. Hedef ve taban malzemelerine güç kaynakları tarafından uygulanan voltaj farkı elektriksel alan oluşturur. Bu elektriksel alan içerisinde gaz iyonları enerji kazanır. Yüksek enerjili ve pozitif yüklü olan argon iyonlarının hedef malzemeye çarptırılması için hedefe bağlı enerji kaynağı tarafından bias voltajı uygulanır. Bias tarafından hızlandırılan iyonlar hedefe çarparlar ve çarpmanın etkisi ile hedef malzemesinden atomlar, atom grupları ve elektronlar sıçratılır (84, 92). Sıçratılan atomlar ortama saçılan elektronların çarpmasıyla yüksek bir pozitif enerjiye sahip olurlar. Taban malzemesi, sıçratılmış atomların akışını kesecek şekilde hedefin önüne yerleştirilir. Taban malzemesine uygulanan bias voltajı ile pozitif yüklü atomlar taban malzemesine yüksek hızla çekilir ve taban malzemesi üzerinde birikerek kaplamayı oluşturur (84).

Sıçratma ile gerçekleştirilen PVD kaplama diyot sıçratma, triyot sıçratma veya manyetik alanda sıçratma tekniklerinden biri ile gerçekleştirilebilir (85, 92). Manyetik alanda sıçratma tekniği sıçratma etkisinin yüksek olması sebebiyle PVD kaplama yapımında günümüzde en çok kullanılan yöntemdir (84, 113). Burada hedef malzemesi arkasına mıknatıslar yerleştirilir. Bu mıknatıslar etkisi ile hedef malzeme önünde bir manyetik alan oluşur. Manyetik alanın etkisi ile plazma ortamı hedef malzemedan uzaklaşmaz. Plazmanın sınırlandırılması, içerisinde yüksek iyon yoğunlukları meydana getirir. İyon yoğunluğunun fazla olması sıçratma etkisini artırır. Yüksek sıçratma etkisi, kaplama süresini kısaltır ve yüksek enerjili atomlar nedeniyle taban malzemeye daha güçlü yapışan kaplama elde edilmesini sağlar.

PVD yöntemi ile elde edilen kaplamalar genellikle yüksek yapışma özelliğine sahip kaplamalardır. Sıcaklık arttıkça daha iyi yapışma, daha yüksek sertlik ve aşınma direnci gözlenmektedir (84). Yapışma başarısızlığı genellikle kaplama tabakasının yüksek iç gerilmelere sahip olması ve taban malzemeyle zayıf fiziksel ve kimyasal bağlar oluşturmasından kaynaklanır. PVD işlemindeki yüksek enerjili iyon bombardımanı çoğunlukla iç gerilmeyi arttırıcı etkiye sahiptir (85). Taban malzeme yüzeyinin yetersiz temizliği, uygun olmayan işlem parametreleri, kaplama malzemesi içerisindeki iç gerilmeler, kaplama malzemesi ile taban malzeme arasındaki uyumsuzluklar (ısı genleşme katsayısı, elastisite modülü, sertlik..gibi) delaminasyon nedeni olabilir. Ayrıca kaplamanın kalın olması koheziv başarısızlık nedeni olabilmektedir. Deneysel çalışmalarda PVD ile 60 mikron kalınlığa kadar kaplamalar yapılabildiği belirtilmiş olsa da (114), ideal kaplama kalınlığı 1-5 μm arasındadır (10, 97). PVD yönteminin tipine ve parametrelerine bağlı olarak kaplamanın yüzey özellikleri değişmektedir. Kaplama yapısını etkileyen temel parametreler sıçratma oranı, hedef-taban malzeme mesafesi, bias voltajı, sıcaklık ve gaz basıncıdır (84).



Şekil 2. 3: Manyetik alanda sıçratma tekniği ile PVD kaplama işlemi

Nitrürlü kaplama üretimi için ortama verilen azot basıncı arttıkça tane büyüklüğü ve pürüzlülük değerlerinde artış, sertlikte azalma meydana gelir (84, 115). Çok düşük taban malzemesi sıcaklıklarında kaplama pürüzlü ve gözeneklidir. Sıcaklık arttıkça kaplama yapısı daha pürüzsüz bir şekil alır (84) ve taban malzemeye yapışması artar (12). Bias

voltajı arttıkça kaplama sertliği artar, porözite ve pürüzlülük azalır, buna karşılık iç gerilme artar, bu da kaplamanın yapışmasını olumsuz etkiler (84, 115).

PVD kaplama ile metalik kaplama malzemesi yapısına azot, karbon veya oksijen girerek bileşik oluşturması yapıyı sert ve dayanıklı hale getirir. Metallerin bu elementlerle reaksiyonu seramik yapıya dönüşmelerine neden olur. Bu nedenle PVD metoduyla oluşturulan nitrür, oksit ve karbür kaplamalar seramik kaplamalar olarak da isimlendirilirler (10).

2.8.2.3. PVD Kaplama Yönteminin Avantaj ve Dezavantajları

Avantajları:

1. Saf metallerin yanı sıra alaşımlar, nitrürler, oksitler, karbürler gibi yüksek sertlik ve tokluk özelliğine sahip kaplamalar, elektrolitik kaplamadan farklı olarak elektrik iletkenliği önemli olmaksızın hemen hemen her taban malzemesi üzerinde (metal, seramik, plastik, kağıt gibi) kolaylıkla oluşturulabilir (84, 85, 97, 110).
2. Yüksek sertlikte, aşınmaya ve korozyona dirençli kaplamalar üretilebilir. PVD kaplamalar genellikle 1000-5000 HV arası sertliğe sahiptir (84, 85, 97, 110, 111).
3. Karmaşık geometriye sahip parçalar taban malzemesi olarak kullanılabilir ve döner sistemler sayesinde homojen olarak kaplanabilir (84, 85, 110).
4. Diğer kaplama tekniklerine göre yüksek yapışma özelliğine sahiptirler (84, 85).
5. Yoğun, homojen ve porözitesiz kaplamalar üretilebilmektedir (97).
6. Yüksek hızda üretim yapılabilir (84, 85).
7. Kaplama kalınlığı ve kompozisyonu diğer kaplama yöntemlerine göre daha iyi kontrol edilebilir (84, 92).
8. Kaplama işlemi nisbeten düşük sıcaklıklarda yapılabilir ve böylece taban malzemesi daha düşük sıcaklıklara (200-600 °C) maruz kalır (84, 110).
9. Kesici matkap uçları ve frezler, keskin köşe ve uçlarının keskinlik özellikleri bozulmadan kaplanabilirler (84).
10. Çevreyi kirleten ve insan sağlığına zararlı zehirli atıklar oluşturmaz (84, 85, 97).
11. Kontrollü vakum ortamı sağlanması ve saf hedef malzemelerinin kullanılması ile yüksek saflıkta kaplama tabakaları elde edilebilir (84, 85).
12. Dekoratif uygulamalar için geniş bir spektrumda değişik renkler elde edilebilir.
13. Çok katlı kaplamalar uygulanabilmektedir (10).
14. PVD kaplamaların sökülerek tekrar kaplama yapılabilmesi imkânı vardır (84).

Dezavantajları:

1. Sistemin kurulumu ve uygulanması diğer kaplama yöntemlerine göre pahalıdır (97, 116). Ancak seri üretim söz konusu olduğunda ekonomik dezavantaj giderilebilir (97).
2. Özel vakum ortamı ve ekipmanlar gerektirir, normal oda şartlarında yapılamaz (97, 116).
3. Taban malzemesi elektrolitik kaplamaya göre daha fazla ısıya maruz kalır (97).
4. Kalın kaplamalarda 5 µm üzerinde yüksek iç gerilmelerden dolayı yapışma başarısızlıkları artmaktadır (97).

2.8.2.4. PVD Kaplama Malzemeleri ve Genel Kullanım Alanları

PVD yöntemi ile genellikle nikel, krom, titanyum, titanyum nitür (TiN), zirkonyum nitür (ZrN), krom nitür (CrN), Titanyum alüminyum nitür (TiAlN), Titanyum karbür (TiC), elmas benzeri karbon ve oksit kaplamalar uygulanmaktadır. Günümüzde TiN, TiC, TiAlN gibi nitür içerikli sert kaplamalar kesici aletlerin ve matkap uçlarının kaplanmasında yaygın olarak kullanılır. Çok sert ve düşük sürtünme katsayısına sahip elmas benzeri karbon kaplamalar bilgisayar üretiminde kullanılan manyetik malzemelerin yüzeyini aşınmadan korumak için uygulanır. Çeşitli karbon bazlı kaplamalar otomotiv endüstrisinde enerji tüketimini azaltmak için kullanılmaktadır (10). PVD kaplamaların genel kullanım alanları Tablo 2. 2' de özetlenmektedir.

Tablo 2. 2: PVD kaplamaların genel kullanım alanları (84, 85, 110)

Kullanım Alanı	Örnek Uygulamalar
Tribolojik uygulamalar	Kayma veya dönme hareketi yapan ve yüksek aşınma direncinin gerekli olduğu makine parçaları, matkaplar için kesici frezler, dental amaçlı CAD-CAM frezleri ve implant frezleri
Dekoratif uygulamalar	Takılar, gözlük çerçeveleri, saatler, oyuncaklar
Optik uygulamalar	Lazer optikler, aynalar, projektör yansıtıcıları, kameraların optik elemanları
Kimyasal uygulamalar	Korozyona dirençli malzemeler, gaz türbin motorları, denizcilik uygulamaları
Elektriksel uygulamalar	Yarı iletken parçalar, süper iletkenler, güneş pilleri
Biyomedikal uygulamalar	Ortopedik implantlar, kalp kapakçığı protezleri, dental implantlar

2.8.2.4.1. TiN Kaplama

TiN kaplamalar, saf titanyum hedeften sıçratılan atomların ortama verilen azot gazı ile reaksiyona girerek TiN bileşimini oluşturması ve taban malzeme yüzeyine bu halde yapışmasıyla oluşurlar. TiN kaplamalar, PVD kaplama çeşitleri içerisinde ilk üretilen ve en yaygın uygulanan ve üzerinde en çok araştırma yapılmış olan kaplama çeşididir (97). Sadece PVD ve CVD metotları ile uygulanabilir (116). Altın sarısı rengi nedeniyle dekoratif ve estetikdir (97, 113). Oksidasyon sıcaklığı 550°C civarındadır (84). TiN kaplamanın sahip olduğu mükemmel sertlik ve aşınma direnci kesme ve delme aletlerinde ve biyomedikal protezlerde (ortopedik kalça ve diz kapağı protezleri) tercih edilmesine neden olmuştur (91, 116). Yüksek dayanıklılığı kaplanan metallerin ömründe 3-30 kat arasında artış sağlamaktadır (115).

TiN kaplamaların biyouyumlu olduğu, dermal irritasyona veya akut sistemik toksisiteye neden olmadığı hücre kültürü ve hayvan çalışmaları ile gösterilmiştir (117). Fibroblast ve osteoblast hücrelerinin dental implant yüzeylerine uygulanan TiN kaplamalara adezyonunun, biyouyumluluğu yüksek olan titanyum ve alaşımlarından daha fazla olduğu belirtilmektedir (11).

TiN kaplama genel olarak korozyona dirençli olarak kabul edilmektedir (97). Ancak mikropor varlığı veya üretim defektlerinin korozyon direncini olumsuz etkilediği bildirilmektedir. Buna karşın kaplama kalınlığı arttıkça mikroporların azaldığı ve korozyon direncinin arttığı belirtilmektedir (97, 118). Sabit protezlerde kullanılan Ni-Cr alaşımı (113), ortopedik protezlerde kullanılan Co-Cr-Mo alaşımı ve dental ve ortopedik implantlarda kullanılan titanyum ve alaşımları (119, 120) üzerine uygulanan TiN kaplamaların, korozyona karşı kaplanmamış alaşımlardan daha dirençli olduğu çeşitli çalışmalarda gösterilmiştir.

2.8.2.4.2. TiAlN Kaplama

TiAlN kaplamalar, alüminyumun (Al) TiN'ün yapısındaki bazı titanyum atomlarının yerini almasıyla $Ti_{1-x}Al_xN$ bileşiminde üretilen kübik kristal yapıda sert kaplamalardır. Yüksek sıcaklıkta oksidasyona dirençli olması ve yaşlanma dayanıklılığı nedeniyle yüksek aşınma ve oksidasyon direncinin gerektiği yerlerde örneğin kesici matkap uçlarında kullanılırlar. Uygulamada saf metal veya değişik yüzdelerde Ti/Al oranlarına sahip bileşik hedefler kullanılabilir. TiAlN kaplamalar genellikle 3600±400

HV gibi yüksek bir sertlik ve 800°C gibi yüksek bir oksidasyon sıcaklığına sahiptirler (84). İçerdiği Al yüzdesi arttıkça oksidasyona direncinin arttığı bildirilmiştir (121). TiAlN kaplamanın biyouyumlu ve korozyona dirençli olduğu (91), çelik ve sert metal alaşımlarının aşınma direncini belirgin olarak artırdığı (90), TiN kaplamadan daha yüksek aşınma direncine sahip olduğu (122), ısıl iletkenliğinin daha düşük olduğu ve daha yüksek yüzey sertliğine sahip olduğu (115) çeşitli çalışmalarda belirtilmiştir.

2.8.3.3. Sol Jel Yöntemi

2.8.3.3.1. Genel Bilgiler

Sol jel yöntemi, çözelti formundan yola çıkılarak çeşitli kimyasal tepkimeler ile organik, inorganik veya hibrid yapıda malzemelerin sentezlenmesi tekniğine verilen genel bir isimdir (86, 123). Bu yöntem ile çok ince tozlar, seramik ve camlar, seramik fiberler, ince yüzey kaplamaları gibi oldukça farklı özelliklere sahip malzemeler üretilebilir (86).

Optik, kimyasal, biyolojik veya yapısal özellikleri içeren, aktif veya aktif olmayan çoğu malzemenin bu teknoloji ile üretilebilir olması, sol jel bilim ve teknolojisini üretim endüstrisinin hemen hemen her türü ile ilişki halinde olmasını sağlamıştır (86). Sol jel yöntemi ile hazırlanan çözeltinin kimyasının kontrol altında tutulabilmesi, oluşan ürünün özelliklerini amaca göre uyarlayabilme imkânı tanır. Bu yönüyle sol jel yöntemi yeni malzeme üretme ve modifiye etme alanında gelecek vaat eden bir uygulama olarak tanımlanmaktadır (86, 124, 125). Aynı zamanda geleneksel üretim metotlarına göre daha kolay ve ucuz olması yönetime olan ilgiyi arttırmakta ve sahip olduğu avantajlar nedeniyle kullanımı gittikçe artmaktadır (86, 126).

Sol jel yöntemi ilk kez 1846 yılında kimyager Jean Jacques Ebelman'ın $\text{Si}(\text{OEt})_4$ formundaki tetraetoksisilanın atmosferdeki nem ile yavaş hidrolizi sonucu camsı jele dönüşümünü gözlemlemesi ile keşfedilmiştir (86, 127). 1930' ların başlarından itibaren üzerinde daha kapsamlı çalışmalara başlanmış ve 1940'lı yıllarda seramik ve cam yapımı için uygun başlangıç maddeleri tanımlanmıştır (128). 1970'lerde inorganik yapıdaki maddelerin yüksek sıcaklığa gerek kalmadan düşük sıcaklıklarda cam ve seramik yapıya dönüştürülebilmesi yönetime olan ilgiyi arttırmıştır (86, 128). Bugüne kadar farklı içerikte pek çok inorganik yapı sentezlenmiş, buna organik yapıların da dâhil edilmesi ile farklı özelliklere sahip malzemeler elde edilmiştir (129).

Sol jel teknolojisi ile yüzey kaplamaları 1960'lı yıllarda uygulanmaya başlanmıştır (128). Diğer kaplama tekniklerine göre uygulamanın basit oluşu, ultra ince (nanometre seviyelerinde) kaplamaların oluşturulabilmesi, fonksiyonel ve estetik özelliklerin uygun kimyasallar yardımıyla kolay bir şekilde modifiye edilebilmesi yüzey kaplama teknolojisi açısından ilgi uyandırmış ve kaplama uygulamaları sol jel yönteminin en önemli kullanım alanlarından biri olmuştur (116).

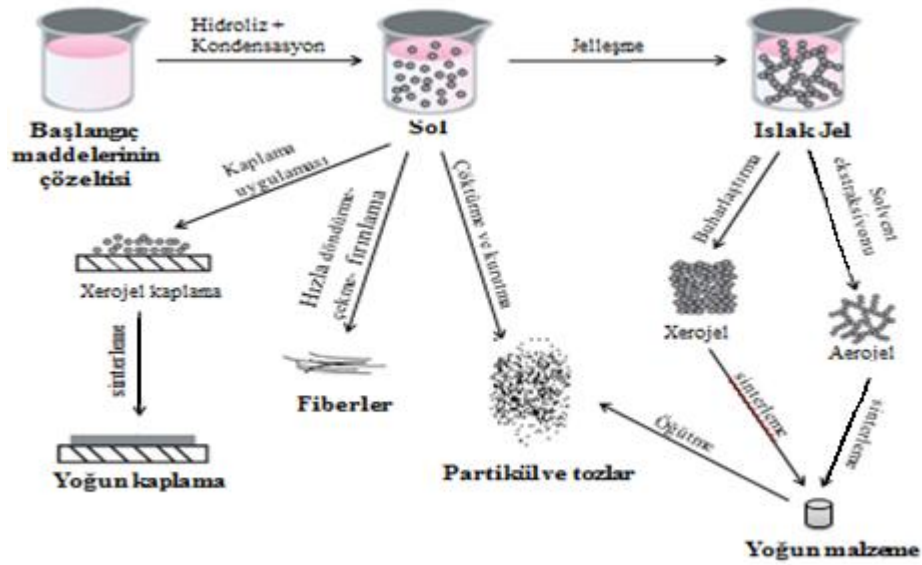
Günümüzde sol jel kaplamalar cam, metal, polimer gibi birçok yüzeyin aşınmaya karşı korunması, özellikle metallerin korozyona karşı korunması, tarihi eserlerin korozyona karşı korunması, polimer ve porselen gibi malzemelerin kimyasallara ve neme karşı dayanıklılığının artırılması, dekoratif amaçlı olarak cam ve seramik yüzeylere renkli kaplamaların uygulanması, cam ve aynalarda çift görüntülerin ve yansımaların yok edilmesi, plastik ve camların buğulanma ve buzlanmaya karşı korunması, hidrofobik, hidrofilik, oleofobik veya antirefleksif, antistatik özellikte yüzeyler oluşturulması gibi amaçlarla kullanılmaktadır (86, 123, 126, 128).

Ayrıca sol jel yöntemi ile ultra ince partikül ve tozların üretimi, seramik ve cam fiberlerin üretimi, kontak lens üretimi, elyaf yapımı ve biyomedikal greft materyallerinin üretimi yapılabilmektedir (86, 128, 130).

2.8.3.3.2. Sol Jel Yönteminin Teknik Özellikleri

Sol jel yöntemine adını veren “sol” kelimesi; boyutları çok küçük olan (<500 nm) katı kolloidal parçacıkların sıvı içinde homojen ve süspansiyon (asılı duran) bir şekilde dağılmasını, “jel” kelimesi ise kolloidal partiküllerin birleşerek solün jelleşmesini ifade eder (86, 126, 127, 131). Kısaca sol jel yönteminin temelini çeşitli tepkimelerle solün jel fazına dönüşümü oluşturur (127). Bu yöntem ile malzeme veya kaplama üretimi genel olarak aşağıdaki basamaklar üzerinden gerçekleşir (Şekil 2. 4);

1. Elde edilecek üründe istenilen özellikleri sağlayabilecek uygun başlangıç maddelerinin homojen bir şekilde karıştırılması
2. Hidroliz ve kondenzasyon tepkimeleri sonucu karışımın önce sol'e ardından jelle dönüşürülmesi
3. Elde edilen jel'in uygun işlem veya işlemlere (kaplama oluşturma, toz üretme vb.) tabi tutulması



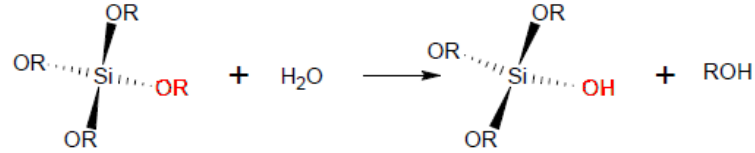
Şekil 2. 4: Sol jel yöntemi ile malzeme üretiminin genel şematik görüntüsü (86, 132)

Sol jel yönteminde başlangıç maddeleri olarak genellikle inorganik veya metal-organik yapıdaki bileşenler kullanılır (133). En sık olarak $M(OR)_n$ formundaki metal alkoksitler kullanılmaktadır. Burada M: Si, Zr, Ti, Al,..gibi bir metal, O: oksijen, n: değerlik, R: metil (CH_3), etil (C_2H_5) gibi alkil grubunu temsil etmektedir (86, 123, 128, 129, 133).

Metal alkoksitler metal-organik bileşikler olup metal-oksijen-karbon bağı içerirler. Alkol gibi birçok organik çözücüde çözünmeleri ve su varlığında kolaylıkla hidrolize olmaları nedeniyle sol jel tepkimeleri için uygun inorganik monomer kaynaklarıdır (86). Metal alkoksitlerin reaktifliği, içerdiği metal atomunun elektronegatifliğine bağlıdır. Sol jel sistemlerinin genelinde, geçiş metal atomlarına kıyasla daha düşük elektronegatifliğe sahip olan ve kontrollü çalışma imkânı verebilen silisyumlu sistemler esas alınmıştır. Bu nedenle silisyum alkoksitler ($Si(OR)_4$), sol jel tepkimelerinde zirkonyum, titanyum ve alüminyum gibi metallerin alkoksitlerinden daha yaygın olarak kullanılırlar (134).

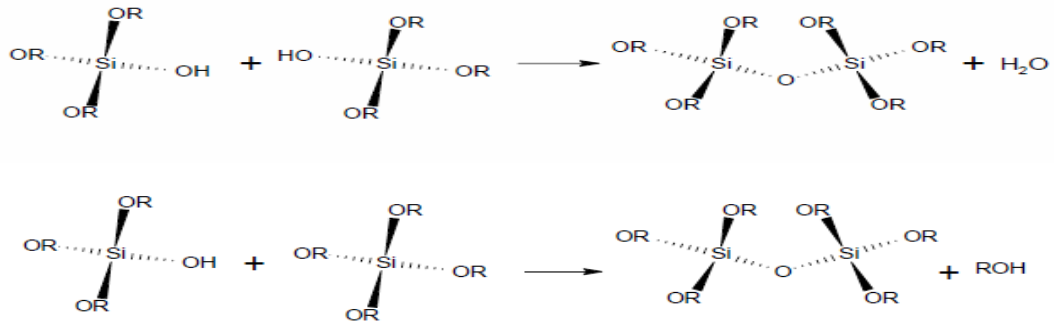
Sol jel tepkimeleri temelde 2 reaksiyon üzerinden gerçekleşir. Bunlar, hidroliz ve kondensasyon reaksiyonlarıdır. Solün oluşumunda bu iki reaksiyon bir arada gerçekleşir (86, 133). Silisyumlu sistemler için ilk adımda oluşan tepkime silisyum alkoksitin hidrolizidir. Hidroliz reaksiyonunun suyun silisyum atomları üzerine nükleofilik atak yapması ile gerçekleştiğine inanılır (76). Hidroliz esnasında metal alkoksitin OR grubu, sudaki OH ile yer değiştirir ve OH grubu metal atomuna bağlanır (76, 86, 133).

Tepkime sonucu ROH formunda alkol açığa çıkar (Şekil 2. 5). Hidroliz tepkimesi için çözücü madde olarak genelde alkol kullanılır (86).



Şekil 2. 5: Sol jel tepkimelerinde silisyum alkoksitin hidrolizi (129)

Sol oluşumunda gözlenen diğer tepkime kondensasyon reaksiyonudur. Burada silan grupları (Si-OH veya Si-OR), siloksan bağlarını (Si-O-Si) oluşturmak üzere tepkimeye girerler. Kondensasyon reaksiyonu, açığa çıkan ürüne göre alkol ve su kondensasyonu şeklinde gerçekleşir (Şekil 2. 6) (86, 129).



Şekil 2. 6: Sol jel tepkimelerinde su (üst) ve alkol kondensasyonu (alt) ile Si-O-Si bağının oluşumu (129)

Kondanse olmuş siloksan grupları inorganik ağ yapısını oluşturmak üzere birbirine bağlanarak polimerize zincirler oluştururlar. Polimerize zincirlerin büyümesi ile üç boyutlu ağ yapısı oluşur ve solün slika jele dönüşümü gerçekleşir (76). Jele dönüşüm viskozitedeki ani artışla fark edilir. Hidroliz ve kondenzasyon hızlarındaki farklar jelleşme aşamasında farklı polimerik yapılara neden olurlar. Bu reaksiyonların kontrol edilmesiyle jelleşmenin ve oluşan ürünün mikro yapısının kontrolü mümkün olmaktadır. Hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonlarının hızlarını etkileyen en önemli faktörler pH, su oranı, sıcaklık, katalizör cinsi ve yoğunluğudur. İstenilen özellikte bir ağın sentezlenebilmesi için, su/alkoksit oranı, çözeltili konsantrasyonu, tepkime ortamı,

katalizör türü, tepkime süresi ve sıcaklık gibi birçok parametrenin belirlenmesi gerekmektedir (86).

Silisyum yapıları ve çok bileşenli bir sistem oluşturulurken hidroliz oranını daha iyi kontrol etmek amacıyla hidrolizi sadece dakikalar alan TEOS (tetra etil orto silikat veya tetraetoksisilan) ve MTEOS (metiltrietoksisilan) en çok tercih edilen başlangıç maddeleridir (76, 86).

2.8.3.3.3. Sol Jel Yöntemiyle Camı Yapıların Sentezlenmesi

Cam; ana maddesi silisyum oksit (SiO_2) olan ve ağ yapısına katılan çeşitli metal oksitlerin karışımından oluşan amorf yapıda inorganik bir maddedir. Yüzey özellikleri açısından düşük pürüzlülük ve yüksek parlaklığa sahiptir. Kimyasal dayanıklılığı oldukça yüksektir (129).

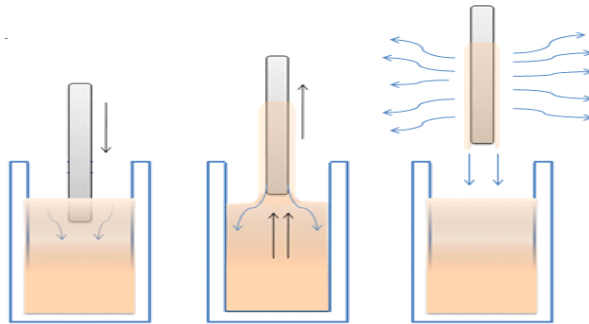
Geleneksel yöntemler kullanıldığında cam ve seramik gibi inorganik esaslı malzemeler yüksek sıcaklık gerektiren işlemlerle (eritme ve $1600\text{ }^\circ\text{C}$ ' ye kadar olan ısı işlem) oluşturulurlar (86). Sol jel yöntemi sayesinde camın bileşenlerini oluşturan inorganik metal oksitler ($\text{SiO}_2, \text{Na}_2\text{O}, \text{Li}_2\text{O}, \text{K}_2\text{O}, \text{MgO}_2 \dots$ gibi) değişik oranlarda bir araya getirilerek yüksek erime sıcaklığına ihtiyaç duyulmadan, istenilen özellikleri (sertlik, optik geçirgenlik, kimyasal dayanıklılık gibi) sağlayabilecek camlara dönüştürülebilmektedir. Başlangıç malzemelerinin çok temiz olması ve molekül bazında karıştırılmasından dolayı çok saf ve temiz camlar elde edilebilmektedir (135). Elde edilen camı çözeltiler yüzey kaplamaları (124, 136) şeklinde uygulanabildiği gibi, çözelti jelleştirilerek kitle cam haline dönüştürülebilir ve fiberler, nano veya mikro partiküllü tozlar elde etmek için özel işlemlerden geçirilebilir (128). Biyoaktif maddelerin kullanılmasıyla biyoaktif camlar (76, 130), gümüş gibi antibakteriyel malzeme ilavesi ile antibakteriyel camlar oluşturulabilmektedir (137).

2.8.3.3.4. Sol Jel Kaplama Teknikleri

Sol jel yönteminin en geniş uygulama alanı kaplamalardır. Bu yöntem ile saf, kimyasal olarak homojen, mikro veya nano kalınlıkta kaplamalar oluşturulabilmekte (138) ve cam, metal, alaşım ve polimer yapıdaki pek çok malzeme yüzeyine uygulanabilmektedir. Kaplamalar uygulandığı yüzeyin mekanik ve kimyasal dayanımının artmasına önemli katkılar sağlayabilmektedir (86). Tek veya çok bileşenli olarak elde edilebilmektedir (123).

Sol jel yönteminde elde edilen sol, çeşitli tekniklerle taban malzeme üzerine uygulanır ve sol yapısı taban malzeme üzerinde kuru jel yapısına dönüşür. Jele uygulanan ısı işlem ile kristalleşme sağlanır ve yoğun yapıda ince kaplamalar oluşturulur. Taban malzeme üzerine kaplamanın uygulanmasında genellikle daldırma, döndürme veya püskürtme gibi basit teknikler kullanılmaktadır (86, 123, 133).

Daldırma kaplama tekniği: Bu yöntem sol jel kaplama uygulamalarında en yaygın kullanılan yöntemdir (133). Burada taban malzemesi kaplama solü içerisinde daldırılır ve belirli bir sabit çekme hızında ve dikey olarak solün içerisinden çıkarılır. Daldırma esnasında taban malzemeye tutunan sıvı, film taban malzeme ile birlikte kaplama çözeltisinden dışarıya çekilir ve sıvının bir kısmı kaplama çözeltisine geri akar. Aynı zamanda bu çekiş esnasında alkol ve su buharlaşır ve ortaya çıkan etkiler bir dengeye ulaşarak kaplama sabit bir kalınlığa ulaşır (123, 133). Bu teknikle homojen kalınlıkta kaplamalar elde edilebilir. Ayrıca hem düz hem de karmaşık geometrili malzemelerin kaplanması için uygundur (123, 131).



Şekil 2. 7: Sol jel daldırma kaplama yöntemi

Döndürme Kaplama tekniği: Burada kaplama solü, düz yüzeyli taban malzemesi üzerine damlatılır ve taban malzemesi özel döndürme cihazı ile hızla döndürülür. Dönme etkisi ile sıvı yüzeye yayılır ve fazla sıvı yüzeyden uzaklaşır (123, 129). İnce ve uniform kaplama tabakası elde edilebilir. Diskler gibi düz yüzeyler için uygundur. Karmaşık geometriler için uygun değildir (131).

Püskürtme Kaplama Tekniği: Bu teknikte el tabancası veya sabit püskürtme sistemleri ile düzgün olmayan yüzeyler şişe, lamba gibi kolaylıkla kaplanabilmektedir. Avantajı daha az kaplama malzemesi kullanılabilmesidir. Dezavantajları ise, kaplama veriminin

yaklaşık %50 olması ve homojen kaplamaların elde edilmesi için optimum püskürtme şartlarını sağlamadaki zorluklardır (123). Spreyleme ile uygulanan sol jel kaplamalarda adezyonla ilgili problem görülmüştür (136).

Sol jel kaplamaların yüzey özellikleri, mekanik bütünlüğü ve taban malzemeye adezyonu kaplamanın kimyasından, kaplama parametrelerinden, elde ediliş tekniği ve kaplama kalınlığından etkilenir. Film kalınlaştıkça içyapıda gerilmeler nedeniyle başarısızlık artabilir. İnce filmlerde kuruma sırasında mikro çatlak oluşma riski daha azdır (86, 133). Çözeltinin yoğunluğu ve akışkanlığı değiştirilerek kaplama kalınlığı değiştirilebilmektedir (86, 131).

Sol jel esaslı kaplamalar genellikle inorganik, organik veya ikisinin kombinasyonu olan hibrit yapıdadır (129). İnorganik yapıdaki kaplamalar yüksek abrazyon ve korozyon ortamında malzeme yüzeyini koruyabilmektedir, ancak kırılabilirlikleri daha fazladır (139). Organik yapıdaki kaplamalar ise daha esnektir ancak mekanik dayanımları daha zayıftır (133).

Sol jel kaplama işleminde kaplama malzemesinin taban malzemeye yüzeyinde bir film tabakası oluşturabilmesi ve yüzeye tutunabilmesi için, taban malzemenin yüzey enerjisinin kaplama çözeltisinin yüzey geriliminden büyük olması gereklidir. Eğer kaplama çözeltisinin yüzey gerilimi daha büyük olursa taban malzeme yüzeyinde yayılamaz, taban malzemeyi yeterince ıslatamaz ve toparlanarak damlacık oluşturur. Metal ve camların yüzey enerjisi plastik malzemelere göre daha yüksektir. Bu nedenle sol jel solüsyonları metal ve cam malzeme yüzeylerinde iyi yayılma özelliği gösterirler. Eğer kaplamanın taban malzemeye adezyonu açısından problemler varsa, taban malzemenin yüzey enerjisini yükselten ve çözeltinin yüzey gerilimini düşüren işlemler adezyonu arttırmak için uygulanabilir (86).

Metal, porselen veya cam yüzeye uygulanan inorganik oksit içerikli sol jel kaplamalar taban malzemeye kimyasal bağlar ile bağlanırlar. Kaplama sıvısı içerisindeki hidroksit bağlar (M-OH bağları) ile taban malzeme yüzeyindeki hidroksit bağlar (M*-OH bağları) sıcaklık etkisi yardımıyla reaksiyona girerek M-O-M* bağlarını oluştururlar (M: kaplama sıvısı içerisindeki metal atomu, M*: taban malzemeye ait metal atomu, O: oksijen). Bu sayede kaplama malzemesi ile taban malzeme arasında yapışma sağlanmış olur (140).

2.8.3.3.5. Sol Jel Kaplama Yönteminin Avantaj ve Dezavantajları

Avantajları:

1. Oldukça saf başlangıç maddeleri ile hazırlanan çözeltiler kullanıldığı için, eğer işlemler sırasında kirlilik oluşmadıysa, yüksek saflıkta kaplamalar üretilebilir (86, 131).
2. Moleküler boyuttaki karışım nedeniyle elde edilen ürün homojendir (86, 131).
3. Çözeltinin hazırlanmasında kullanılan malzemeler kolay elde edilebilir (86).
4. İşlemler normal oda koşullarında ve basit kaplar içerisinde gerçekleştirilebilir (86, 116).
5. Daldırma, püskürtme gibi basit yöntemlerle ve fazla ekipmana ihtiyaç duyulmadan uygulanabilir (86, 116, 134).
6. Kullanılan malzeme ve ekipmanların az olması yöntemi ekonomik kılmaktadır (86, 131).
7. Kaplama işleminin düşük sıcaklıklarda gerçekleştirilebilmesi enerji tasarrufu ve taban malzemenin korunmasını sağlar. Ayrıca düşük sıcaklığın kullanılması, yüksek sıcaklıkta buharlaşmadan doğacak kayıpları önlemektedir. Isıl işlem esnasında bileşen kaybının azalması sonucu beklenen ürünün bileşen içeriği hassas bir şekilde oluşturulur (86).
8. Başlangıç maddeleri ve parametre (malzemelerin mol oranı, eklenen su ve çözücü oranı, pH, viskozite, karıştırma zamanı gibi) değişimi ile sol yapısı çeşitlendirilerek ve istenilen katkı malzemeleri (örneğin gümüş) ürünün ağ yapısına katılarak kaplama malzemeleri modifiye edilebilir (86, 131, 136).
9. Kompleks şekiller kolayca kaplanabilir (131).
10. Ekonomik ve çevresel açıdan zararsız bir yöntemdir (86).
11. Sert, korozyona dayanıklı, biyouyumlu, optik özellikleri iyi kaplamalar üretilebilmektedir (116).
12. Kaplamalar seramik, cam, plastik, tekstil ürünleri, metal ve alaşımlar gibi farklı yüzeyler üzerinde uygulanabilir (86, 116).

Dezavantajları:

1. Metal alkoksitler genellikle pahalı kimyasallardır (86). Ancak çok az miktarda kullanıldığı için ekonomik açıdan sorun oluşturmayacağı düşünülmektedir (131).
2. Zaman alıcı, çok aşamalı, teknik bilgi gerektiren bir yöntemdir (86).

3. Kurutma ve ısıya dayalı işlemler sırasında jel yapısının büzülmesiyle yapıda mikro ve makro çatlaklar meydana gelebilir (86).

2.8.3.3.6. Diş Hekimliğinde Sol Jel Uygulamaları

Sol jel uygulamaları diş hekimliği alanında özellikle implant yüzeylerinin modifiye edilmesinde kullanılmıştır. Dental implantın kemik içerisinde kalan yüzeyinde sol jel teknolojisi ile oluşturulan nano-yapılandırılmış veya biyoaktif yüzeylerin, osteointegrasyonu iyileştirdiği, iyileşme zamanını azalttığı ve kemiğin uzun vadedeki cevabında olumlu etkileri olduğu belirtilmiştir (138, 141). İmplant yüzeylerine uygulanan sol jel kaplamalardan en çok bilineni hidroksiapatit kaplamalardır (76). Hidroksiapatit kaplamalar dışında farklı içerikli sol jel kaplamalar da implant yüzeylerinde kullanılmıştır. Birçok araştırmacı implant yüzeyini kalsiyum fosfat, alüminyum oksit, titanyum oksit, zirkonyum oksit ile kaplamak için sol jel metodunu kullanmışlardır (125, 141).

Sol jel yöntemi diş hekimliğinde kaplama uygulaması dışında, kompozit dolgu maddeleri için doldurucu silika veya alümina partikülleri üretmek için de kullanılırlar (142). Bu partiküllerin içeriği yine sol jel teknolojisi sayesinde modifiye edilebilmekte ve içerisine değişik elementler katkılanabilmektedir (137). Sol jel yönteminin diğer bir kullanım alanı ise cerrahi işlemler için kemik greftlerinin hazırlanmasıdır (76, 130).

2.9. ANTİBAKTERİYEL KAPLAMA UYGULAMALARI

Bakterilerin yoğun olarak bulunduğu alanlarda (mutfak, okul ve hastane donanımları) ve enfeksiyon riski taşıyan uygulamalarda (implant yerleştirilmesi) kullanılan malzemelerin antibakteriyel özelliğe sahip olarak üretilmesi büyük ilgi görmektedir. Antibakteriyel malzemeler bakterisit veya bakteriyostatik etkileri ile hijyenik ortamlar sağlayabilirler. Günümüzde alkol, klor ve aldehit esaslı sıvı bileşikler dezenfektan olarak kullanılmaktadır. Ancak bunlar yüzeye sürüldükten sonra kısa bir süre içinde etkisini kaybetmektedirler. Ayrıca kullanılan antibiyotiklere, antiseptiklere ve dezenfektanlara karşı dirençli mikroorganizma sayısı ise gün geçtikçe artmaktadır. Bu nedenle bakteriler üzerinde uzun süre toksik etki sağlayacak alternatif yöntemlere ihtiyaç duyulmuştur. Bu amaçla bakterilerin yoğun olduğu yüzeyler için antibakteriyel kaplama uygulamaları önerilmektedir. Kaplama yüzeyinden, bakterisit etkiyi gösterecek maddenin yavaş bir şekilde salımı sonucu, hem etki süresinin artması, hem de doz

aşımının engellenmesi hedeflenmektedir. Antibakteriyel kaplamalar kaplamanın yapısına antibakteriyel maddeler katılarak oluşturulur. Kaplama uygulamaları için en yaygın kullanılan antibakteriyel madde ise gümüştür (129).

2.9.1. Gümüşün Bakteriler Üzerindeki Etkisi

Gümüş, güçlü ve geniş bir spektrumda antibakteriyel etkiye ve düşük toksisiteye sahiptir (143, 144). Geçmiş çağlarda gümüşün antibakteriyel etkisinden yaygın bir şekilde yararlanılmış ve Hipokrat'ın notlarında gümüşün iyileştirici ve enfeksiyon oluşumunu azaltıcı bir madde olarak yer aldığı belirtilmiştir (129).

Gümüş iyonlarının bakteriler üzerindeki etkisi tam olarak aydınlatılmamış olmakla birlikte (145), genellikle iki mekanizma üzerinde durulmaktadır. Bu mekanizmalardan birincisine göre gümüş iyonları, bakteri membranındaki proteinlerle reaksiyona girerek kararlı kompleksler oluşturur ve bu proteinleri inaktif hale getirir(129) . Böylelikle membrandan besin girişi, toksik madde çıkışı gibi birçok metabolik işlev yerine getirilemez ve bakteri ölür. Gümüş iyonlarının bakteriler üzerindeki etki mekanizmalarından ikincisi ise, bakteri membranından stoplazmaya geçen gümüş iyonlarının, stoplazmik proteinlerle veya hücrenin DNA'sı üzerinde bulunan thio-, amino-, imidazol-, karboksil- ve fosfat gruplarıyla kompleks oluşturması ve bu molekülleri inaktif hale getirmesiyle açıklanır (146). DNA'sı etkilenen bakteri çoğalma yeteneğini kaybeder. Gümüş iyonları ile etkileşen kültürlerde hücre bölünmesi görülmediği belirtilmektedir (129).

Gümüşün antibakteriyel etkisi yüksek oligodinamik etkisinin bir sonucudur. Ağır metal iyonlarının yüksek konsantrasyonda bakteriler üzerindeki öldürücü etkisi oligodinamik etki olarak isimlendirilir (145). Ağır metal tanımı; yoğunluğu 5 g/cm^3 'ten daha yüksek olan metaller için kullanılır ve civa, gümüş, altın, kadmium, kurşun, bakır, çinko gibi 60' tan fazla metali içerir. Bu metaller içerisinde gümüşün etkinliği hem fazladır, hem de diğer metaller ile kıyaslandığında insanlar için toksik etkisi oldukça düşüktür. Bu özelliğinden dolayı biyomateryal uygulamalarında sıklıkla tercih edilmektedir (147, 148). Gümüşün diğer bir avantajlı özelliği ise geniş spektrumlu antibakteriyel etkiye sahip olmasına rağmen, henüz dirençli bir bakteri tanımlanmamış olmasıdır (147). Gümüş farklı sağlık alanlarında, özellikle dirençli hastane enfeksiyonlarının önlenmesi için kateter ve kanüllerin veya implant yüzeylerinin kaplanmasında kullanılmaktadır

(66, 149). Diş hekimliğinde gümüşün yüzey kaplaması olarak uygulamasına pek rastlanmasa da, dental plağı inhibe edici gümüş içeren gargaralar (150) ve gümüş katkılı dolgu malzemeleri (137) bulunmaktadır.

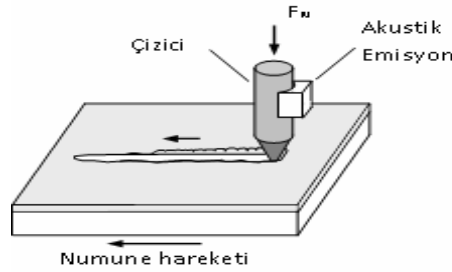
2.10. YÜZEY KAPLAMALARINDA YAPIŞMA KUVVETİNİN İNCELENMESİ

Yüzey kaplama uygulamalarında, kaplama malzemelerinin taban malzeme üzerine yapışması kaplamanın ömrünü belirleyen en önemli faktörlerden birisidir (12, 84, 151). Kaplama tabakası yüksek sertlik ve aşınma direncine sahip olsa da kaplama-taban malzeme ara yüzeyindeki yetersiz yapışma delaminasyona ve kaplamanın başarısızlığına sebep olabilir (84). Kaplama üreticileri ve kullanıcılar kaplamanın performansını ve ömrünü sınırlayan ara yüzey bağlanma özelliklerini ölçmek ve kontrol etmek zorundadırlar (152). Bu amaçla çeşitli test metotları geliştirilmiştir. Bu test metotlarının çoğu kaplama ile taban malzeme arasında deformasyon alanları meydana getirirler (12). Özellikle mekanik esaslı yöntemler, günümüzde yaygın olarak kullanılmaktadır (84, 151). Mekanik yöntemler kaplamanın yüzeyden dikey veya yanal kuvvetlerin etkisi ile kaldırılmasına göre ikiye ayrılır. Çekme testi, ultra santrifüj yöntemi, ultrasonik yöntem ve şok lazer yöntemi dikey kuvvetler ile kaplamayı kaldırmaya çalışan test metotlarıdır. Soyma, kayma, eğme, çizik yöntemleri ise yanal kuvvetlerin etkisi ile kaplama tabakasını kaldırmaya çalışan yöntemlerdir. Ultrasonik ve ultra santrifüj teknikleri 25 µm' den daha kalın kaplamalar için önerilmektedir. Şok lazer yöntemi çok pahalı ekipman gerektirmesi nedeniyle yaygın olarak kullanılmaz. Çekme testi ise bağlanma kuvveti 100 Mpa üzerindeki kaplamaların adezyonunu ölçmekte yetersiz bulunmuştur. Kaplama yapışmasını değerlendirmede yanal kuvvet uygulayan metotların, literatürde daha çok tercih edildiği belirtilmektedir (151). Yanal kuvvet uygulayan metotlar içerisinde çizik testi (scratch testi), yüksek yapışma özelliği gösteren ince ve kalın kaplamalarda ara yüzey yapışma kuvvetinin değerlendirilmesi için en yaygın kullanılan testtir (12, 119, 151).

2.10.1. Çizik Testi

Bu test kaplama ve taban malzeme arasındaki ara yüzeyde gerilmeler oluşturmaktan ibarettir. Çizik testi, elmas bir çizici ucun, belirlenen bir mesafe boyunca, örnek yüzeyine sabit veya giderek artan bir kuvvet ile bastırılmasıyla gerçekleştirilir (12, 84, 119, 151-153). Test örneğinin sabit hızda yer değiştirmesiyle, taban malzeme-kaplama

ara yüzeyinde meydana gelen makaslama gerilmeleri kaplamanın deformasyonuna, tabaka halinde veya parçalanarak ayrılmasına sebep olur (12, 84). Elmas çizici ucun örnek yüzeyinde ilerlemesi sırasında oluşan yanıl kuvvet yük ölçerle tespit edilir (92). Çizik testinde ASTM (American Society of Testing Materials) C1624-05 standardına göre, 120 derecelik uç açısına ve 0,2 mm uç yarıçapına sahip Rockwell-C profilinde olan konik şekilli elmas çizici uç kullanılır. Ölçüm işlemleri düz bir zemin üzerinde ve 0,1- 30 μm kalınlığında kaplamalar için gerçekleştirilir (152). Çizik testi hızlı, kolay ve tekrar edilebilir veriler sunduğu için, pratik adezyon değerlendirmeleri için en sık tercih edilen test sistemidir (92). Şekil 2. 8 çizik testinin şematik görünümünü vermektedir.



Şekil 2. 8: Çizik testinin şematik görünümü (84)

Çizik testi uygulamalarında belirgin bir hasarın meydana geldiği en küçük yük, kritik yük (Load critical, L_c) olarak isimlendirilir (84, 153). Kaplamanın taban malzemesine yapışma kuvveti, kritik yük ile karakterize edilir ve bu değer ne kadar yüksek ise, yapışma kuvvetinin de o kadar yüksek olduğu söylenebilir (84). Kritik yük değeri olan L_c iki ana sınıfa ayrılır. Küçük kritik yük (L_{c1}), kaplamanın koheziv hasarını yani ilk çatlama başladığı andaki kritik yükü, büyük kritik yük (L_{c2}) ise, kaplamanın adheziv hasarını yani soyulmaya başladığı andaki kritik yükü temsil etmektedir (92). Çizik test cihazının elmas ucu tarafından uygulanan yük etkisi ve örneğin hareketi ile kaplama tabakasının iç yapısında değişimler çatlak başlangıcı ve büyümesi, çatlak açılması ve kapanması, deformasyon, dislokasyon hareketleri, boşluk oluşumu, ara yüzey hasarı meydana gelir. Bu değişimler sonucu oluşan ani iç gerilme dalgaları kaplama tabakası boyunca yayılır ve sonunda yüzeye ulaşarak yüzeyde küçük yer değişimleri meydana getirir. Çizik test cihazının üzerinde bulunan akustik emisyon cihazı çok hassas titreşim algılayıcı sensörlere sahiptir. Kaplama tabakasında oluşan çok küçük değişimlerinde oluşan titreşimi algılayarak grafik haline dönüştürür (12, 84, 92).

Çizik yolundaki hasar mikroskopik olarak incelenerek Lc1 ve Lc2 seviyeleri belirlenir. İkincil test verisi olarak akustik emisyon sinyalleri grafiğindeki pik alanları incelenir (152). Optik mikroskop verileri ile akustik emisyon grafik verileri karşılaştırılarak kritik yük değeri belirlenir.

Çizik testinde elde edilen kritik yük değerleri, deney koşulları ve kaplama-taban malzemesi özellikleri tarafından etkilenmektedir. Elmas ucun yarıçapı, çizme hızı, taban malzeme sertliği, pürüzlülüğü, elastikliği gibi bazı parametreler kritik yük değerini etkilemektedir (12, 84). Kritik yükü etkileyen parametrelerin sayısını en aza indirmek için çalışmaların çoğu uç yarıçapı 200 μm , çizme hızı 10 mm/dakika olan standart işlem koşulları kullanmaktadır (84). Verilerin sağlıklı olabilmesi için eski ve aşınmış uç kullanımından kaçınılması tavsiye edilmektedir (12).

3. GEREÇ VE YÖNTEM

Soy olmayan Ni-Cr alaşımı yüzeyine uygulanan beş farklı yüzey kaplama malzemesinin yüzey özelliklerine ve bakteri adezyona etkilerinin incelendiği ve kaplamanın alışıma yapışma kuvvetinin değerlendirildiği bu çalışma, Erciyes Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Araştırma Laboratuvarı, Özel Setdent Diş Laboratuvarı, Erciyes Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Yüzey Teknolojileri ve Araştırma Laboratuvarı, Akdeniz Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Anorganik Kimya Laboratuvarı, Antalya Teknokenti Nano-En Arge ve Danışmanlık Mühendislik Limited Şirketi Yüzey Kaplama Laboratuvarı, Kayseri 2. Ana Tamir ve Bakım Merkezi Kalite Güvence Laboratuvarı, Erciyes Üniversitesi Veteriner Fakültesi Mikrobiyoloji Laboratuvarı ve Erciyes Üniversitesi Teknoloji Araştırma Merkezinde olmak üzere başlıca şu aşamalarda gerçekleştirilmiştir:

- 3.1. Örnek Sayısının Belirlenmesi
- 3.2. Deney Örneklerinin Hazırlanması
- 3.3. Deney Gruplarının Oluşturulması
- 3.4. Kaplama İşlemi Öncesi Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümü
- 3.5. Yüzey Kaplama İşlemlerinin Uygulanması
- 3.6. Kaplama İşlemi Sonrası Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümü
- 3.7. Bakteriyel Adezyon Deneyinin Uygulanması
- 3.8. Kaplama Grupları Üzerinde Çizik Testinin Uygulanması
- 3.9. SEM Görüntülerinin Elde Edilmesi
- 3.10. İstatistiksel Değerlendirmenin Yapılması

3.1. ÖRNEK SAYISININ BELİRLENMESİ

Çalışmada kullanılacak örnek sayısının belirlenmesi için istatistiksel güç analizi kullanıldı. Güç analizi, bilgisayar ortamında istatistiksel bir yazılım programı (NCSS 2007 & PASS 2008 Statistical Software, Utah, ABD) kullanılarak ve Windows XP bilgisayar programı ortamında yapıldı. Parametrik test varsayımlarının yerine gelmesi

için her grupta olması gereken minimum örnek sayısı, uygulanacak deneylerin her biri için ayrı olarak hesaplandı. Yüzey pürüzlülük deneyi için gerekli örnek sayısının belirlenmesinde Chien ve arkadaşlarının (90), bakteri adezyon deneyi için gerekli örnek sayısının belirlenmesinde Akça ve arkadaşlarının (60), çizik testi deneyi için gerekli örnek sayısının belirlenmesinde Jaworski ve arkadaşlarının (154) çalışmalarındaki veriler kullanıldı. Güç analizi sonrası % 95 güven aralığında ($\alpha=0.05$), %99 çalışma gücü elde edebilmek için yüzey pürüzlülüğü testinde her grupta minimum 8, bakteri adezyon deneyinde her grupta minimum 10, çizik testinde her grupta minimum 6 örnek kullanılması gerektiği belirlendi. Referans çalışmalar ile bizim çalışmamız arasındaki farklılıklar göz önüne alınarak, oluşturacağımız deney gruplarının her biri için 15 örnek kullanılmasına ve toplamda 90 adet deney örneği hazırlanmasına karar verildi.

3.2. DENEY ÖRNEKLERİNİN HAZIRLANMASI

Soy olmayan alaşım örneklerin hazırlanmasında metal destekli seramik restorasyonlarda klinik kullanımı yaygın olan ve uluslararası standartlara uygun Ni-Cr esaslı Nicor (Schütz Dental, Almanya) marka dental döküm alaşımı kullanıldı. Üretici firma tarafından belirtilen içerik ve fiziksel özellikler Tablo 3. 1 ve 3. 2’de gösterilmektedir.

Tablo 3. 1: Nicor alaşımının element içeriği (% olarak)

Alaşımın Cinsi	Ticari Adı	Üretici Firma	Ni	Cr	Co	Mo	Si	Fe
Ni-Cr	Nicor	Schütz dental	62,4	26	---	10	1,5	<0,1

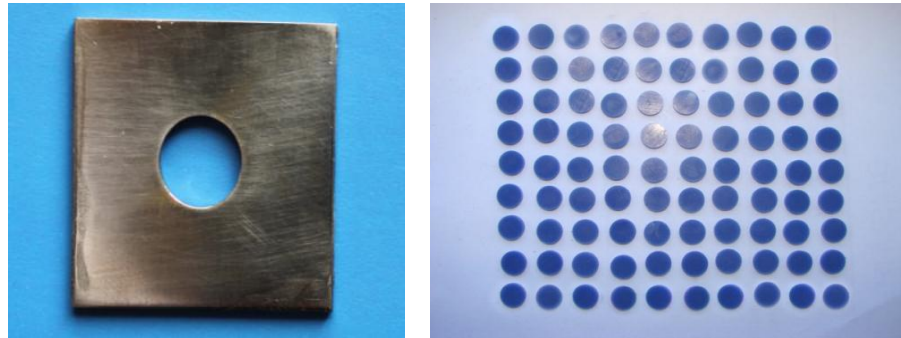
Tablo 3. 2: Nicor alaşımının fiziksel özellikleri

Yoğunluk	Erieme Aralığı	Döküm Sıcaklığı	Termal Genleşme Katsayısı	Kopma Uzaması	Sertlik	% 0,2 Zorlama Stresi
8,2 g/cm ³	1260-1350°C	≈ 1400	14.1 μm/mxK 25-600°C	≈ % 25	210 HV	≈ 400 N/mm ²

3.2.1. Döküm İşlemi İçin Mum Örneklerin Hazırlanması

Mum örneklerin hazırlanması için kalınlığı 2 mm olan paslanmaz çelik levhanın ortasına bilgisayar kontrollü freze tezgâhında (CNC, TMC500V, Taksan, Türkiye)

10mm çapında yuvarlak bir delik açıldı (Şekil 3. 1). Örnekler arasındaki boyut farklılığını önlemek amacıyla örneklerin tümü için tek bir kalıp kullanıldı. Mum eritme cihazında (Ceradip, Bego, Almanya) sıvı hale getirilen mavi döküm mumu (774 inlay wax, İtalya) ısıtılmış metal kalıbın içerisine dökülerek mum örnekler hazırlandı. Digital bir kumpas (Absolute Digimatic, Mitutoyo, Japonya) yardımıyla, hazırlanan mum örneklerin çap ve kalınlık kontrolleri yapıldı.

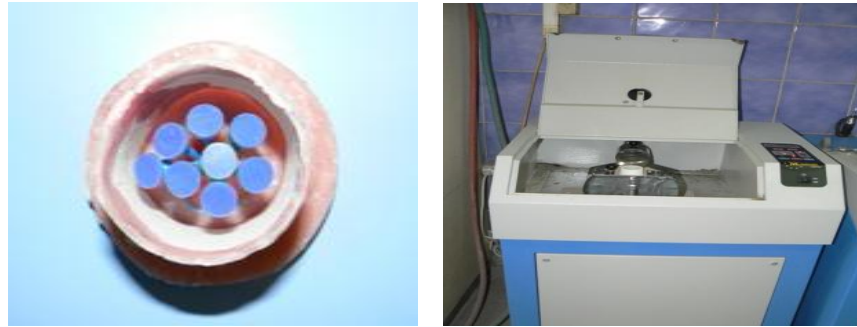


Şekil 3. 1: Mum örneklerin hazırlanmasında kullanılan paslanmaz çelik kalıp (sol) ve hazırlanan mum örnekler (sağ)

3.2.2. Örneklerin Döküm İşlemi

Döküm işlemi öncesi mum örneklerin her biri sıvı sabunla temizlenip, su ile yıkandı ve kurutuldu. Her mum örneğin bir yüzeyine 2 cm uzunluğunda döküm tiji yapıştırıldı ve örnekler her manşette 8 örnek olacak şekilde manşete alındı. Mum örnekler üzerine ıslanabilirliği arttıran ve yüzey gerilimini azaltıcı sprej (Yeti dental, Almanya) sıkıldı. Fosfat bağlı rövetman (Fina-Rapid, Shera, Almanya) üretici firma talimatları doğrultusunda 100 gr toz/ 15 ml likit olacak şekilde vakumlu karıştırıcıda (Combination Unit, Whip Mix, ABD) karıştırıldı ve vibrasyon cihazı (RC 40, Mikrotek, Türkiye) üzerinde manşet içerisine döküldü. Rövetman sertleştikten sonra manşetler döküm yolu aşağıya gelecek şekilde manşet fırınına (MFX 1025, Mikrotek, Türkiye) yerleştirildi. Manşet fırını dakikada 5°C' lik bir sıcaklık artışı ile 150 °C' ye kadar ısıtıldı ve 90 dakika bu sıcaklıkta tutularak mum atım işlemi gerçekleştirildi. Ardından dakikada 5°C' lik bir sıcaklık artışı ile manşet fırını 1000 °C' ye kadar ısıtıldı. Manşetler 60 dakika daha fırında tutuldu. Çıkarılan manşetler indüksiyonlu döküm makinesine (INF 2010, Mikrotek, Türkiye) yerleştirildi. Döküm işlemi üretici firma talimatlarına uygun olarak 1400°C' de ve her manşet için 4 ingot kullanılarak gerçekleştirildi.

Rövetman artıkları kum banyosu cihazında (Mikrotek, Türkiye) 2 bar basınç altında ve 110 μm büyüklüğünde alüminyum oksit tozu (Korox, Bego, Almanya) kullanılarak temizlendi. Daha sonra döküm tijlerinin birbirleri ile olan bağlantısı karbon separe ile kesildi. Deneyler sırasında örneğin tutulması, taşınması ve sabitlenmesi işlemlerinde kolaylık sağlaması için döküm tijlerinin örnekle olan bağlantısı kesilmedi ve tij kısımları örneğin sapı olarak kullanıldı.



Şekil 3. 2: Manşete alınan mum örnekler ve indüksiyonlu döküm makinesi



Şekil 3. 3: Döküm işlemi sonrası örneklerin görünümü

3.2.3. Örnek Yüzeylerinin Parlatılması

Örnek yüzeylerinin düz ve standart bir şekilde parlatılabilmesi için otomatik polisaj makinesi (Labapol-5, Struers, Danimarka) kullanıldı. Bu makinenin ana gövdesinde manyetik tutuculu döner bir zımparalama ünitesi yer almaktadır. Buraya 20 cm çapında zımparalar manyetik tutucu disk yardımıyla yerleştirilebilmektedir. Zımparalama süresince zımparanın ıslak olmasını sağlayan ve artıkları uzaklaştıran su akım sistemi mevcuttur. Zımparalama esnasında örneklerin sabit tutulmasını sağlayan örnek tutucu bir parça, ana gövdeye bağlı olarak bulunmaktadır. Bu parça hem kendi ekseninde hem de zımparanın dönüş yönüne ters yönde dairesel hareket yapmaktadır. Örnek tutucu

parçada üç adet 3 cm çapında yuvarlak delik bulunmaktadır. Örnek çapımız bu delikler için çok küçük olduğundan, deney örneklerimiz 3 cm çapında ve yüksekliğinde plastik silindir şeklindeki kalıplar içerisinde, beşerli gruplar halinde ve parlatma yapılacak olan yüzeyleri alt tarafa gelecek şekilde, şeffaf epoksi rezine (EpoFix, Struers, Glasgow, İngiltere) soğuk kalıplama yöntemiyle gömüldü. Parlatma işlemi sonrası örneklerin epoksi rezin içerisinde zarar görmeden çıkarılabilmesi için sap uzantıları silikon ölçü maddesi (Putty-Zetaplus, Zhermack, İtalya) ile sarıldı. Kalından inceye doğru sırasıyla 600, 800, 1000, 1200 ve 2000 grenli silikon karbid zımpara kâğıtları (English Abrasives, İngiltere) ile 500 devir/dakika hızla ve su yıkaması altında zımparalama işlemi gerçekleştirildi. Zımparalama aşamaları tamamlandıktan sonra örneklere keçe disk (Struers, İngiltere) üzerinde, 0,25 µm elmas partiküllü parlatma solüsyonu (Diapat, Metkon, Türkiye) uygulanarak zımpara izleri giderildi ve ayna parlaklığında bir polisaj sağlandı.



Şekil 3. 4: Otomatik zımparalama ve parlatma makinesi



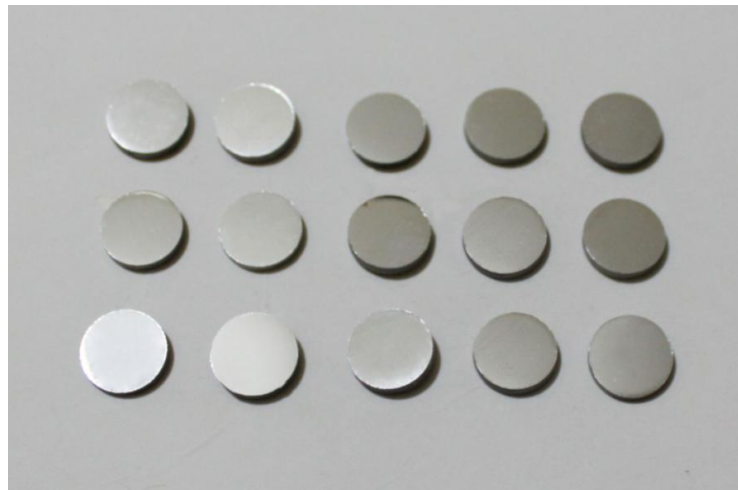
Şekil 3. 5: Parlatma işlemi tamamlanmış epoksi rezin kalıba gömülü örnekler

3.3. DENEY GRUPLARININ OLUŞTURULMASI

Parlatma işlemleri tamamlanan 90 adet Ni-Cr alaşımı örnek beş kaplama grubu ve bir kontrol grubu olmak üzere altı eş gruba ayrıldı ve örneklerin arka yüzeylerine aeratör frezi ile numaraları yazıldı. Çalışmada kullanılan deney grupları ve özellikleri Tablo 3. 3'te ve kaplama işlemi uygulanmayacak Ni-Cr kontrol grubu örnekleri Şekil 3. 6'da gösterilmektedir.

Tablo 3. 3: Çalışmada kullanılan deney grupları ve özellikleri

		Grup ismi	Tanımlama	Kaplama yöntemi	Örnek sayısı (n)
Deney Grupları	Kaplama Grupları	Altın kaplama	Altın kaplama yapılacak örnekler	Elektrolitik kaplama	15
		TiN kaplama	Titanyum nitrür kaplama yapılacak örnekler	Fiziksel buhar biriktirme	15
		TiAlN kaplama	Titanyum alüminyum nitrür kaplama yapılacak örnekler	Fiziksel buhar biriktirme	15
		Camsı kaplama	Camsı kaplama yapılacak örnekler	Sol jel	15
		Ag-camsı kaplama	Gümüş katkılı camsı kaplama yapılacak örnekler	Sol jel	15
	Kontrol Grubu	Ni-Cr Kontrol	Kaplama uygulanmayacak Ni-Cr örnekler	-----	15
TOPLAM					90



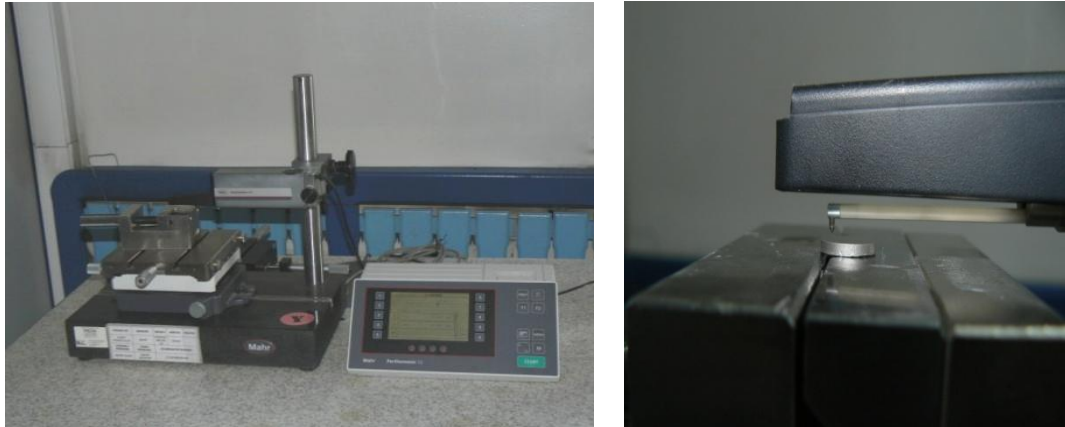
Şekil 3. 6: Ni-Cr kontrol grubu örnekleri

3.4. KAPLAMA İŞLEMİ ÖNCESİ YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ ÖLÇÜMÜ

Çalışmada kullanılan tüm örnekler için yüzey pürüzlülüğü ölçüm deneyleri Kayseri 2. Ana Tamir ve Bakım Merkezi Kalite Güvence Laboratuvarı'nda bulunan profilometre cihazı (Perthometer S2, Mahr, Almanya) kullanılarak gerçekleştirildi.

Zımparalama ve parlatma işlemi sonrası oluşan debrisin giderilmesi için ölçüm öncesi örnekler %96 etanol (Alkomed Kimya, Türkiye) içerisinde, 5 dakika ultrasonik banyoda (Easyclean 3500, Faro, İtalya) temizlendi. Örneklerin sap kısımları cihaza ait olan mengeneye sıkıştırıldı ve böylece örneklerin ölçüm sırasında hareket etmeleri önlenildi. Örnek çapımızın izin verdiği en uzun mesafe olan 5,6 mm, ölçüm uzunluğu olarak seçildi. Ölçüm sırasında yüzeyin bölünerek verilerin elde edildiği en küçük değer olması için, cut-off değeri olarak 0,25 mm seçildi. Her örneğin beş ayrı bölgesinden ölçüm yapıldı ve elde edilen Ra değerlerinin aritmetik ortalaması alınarak her bir örneğin ortalama yüzey pürüzlülük değeri elde edildi. Kaplama gruplarında kaplama işlemi öncesi her örnekten elde edilen başlangıç ortalama yüzey pürüzlülük değerleri "Ra1" olarak isimlendirildi. Ni-Cr kontrol grubunda her bir örnekten elde edilen ortalama yüzey pürüzlülük değeri ise "Ra" olarak isimlendirildi. Her 15 ölçüm sonrası cihazın kalibrasyonu kontrol edildi.

Kaplama işlemi öncesindeki başlangıç yüzey pürüzlülük değerleri bakımından belirgin olarak yüksek bulunan örnekler, tekrar zımparalama ve parlatma işlemleri uygulanarak yüzey pürüzlülüğü uygun hale getirildi.



Şekil 3. 7: Yüzey pürüzlülük ölçüm cihazı (sol) ve ölçüm ucu (sağ)

3.5. YÜZEY KAPLAMA İŞLEMLERİNİN UYGULANMASI

Bu çalışmada Ni-Cr esaslı soy olmayan dental alaşım yüzeylerine üç farklı yüzey kaplama tekniğiyle beş farklı yüzey kaplama malzemesi uygulandı.

3.5.1. Elektrolitik Kaplama Yöntemiyle Altın Kaplama Uygulaması

Çalışmamızda altın kaplama grubunu oluşturan örneklerin yüzeyine elektrolitik kaplama yöntemiyle altın kaplama uygulandı. Altın kaplama işlemi, Erciyes Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Araştırma Laboratuvarı'nda bulunan, dental uygulamalar için üretilmiş, altın kaplama ve elektroforming cihazı (Gammal Free, Gramm GmbH, Almanya) kullanılarak gerçekleştirildi (Şekil 3. 8). Kaplama işleminde cihaza uygun olarak üretici firma tarafından üretilmiş solüsyonlar kullanıldı (Şekil 3. 9). Örneklerin uzun olan sap kısımları karbon separe ile kesilip bir miktar kısaltıldıktan sonra, elektrik iletkenliğini sağlamak amacıyla 0.25 mm çapındaki ligatür teli (Remanium, Dentaurum, Almanya) örneklerin sap kısımlarına bağlandı. Örnekler birbirine temas etmeyecek ve firma talimatlarına uygun olarak kaplama başlığı ünitesinde bulunan kırmızı çizginin üzerinde kalacak şekilde asılarak kaplama başlığı ünitesine monte edildi (Şekil 3. 9).



Şekil 3. 8: Altın kaplama ve elektroforming cihazı



Şekil 3. 9: Altın kaplama işleminde kullanılan solüsyonlar (sol) ve kaplama başlığı ünitesine asılan deney örnekleri (sağ)

Cihaza ait olan sert-altın kaplama (Hard-Gold plating) chip kartı cihazın kart giriş bölmesine takıldı. Cihaz açıldıktan sonra ekrandaki menüden “hard-gold plating” seçeneği seçildi. Üretici firma talimatlarına uygun olarak litresinde 15 g altın içeren ve amonyum tuzlarının çözeltisinden oluşan altın kaplama solüsyonundan (Ecolyt SG 100, Gramm GmbH, Almanya) 40 ml, yine amonyum tuzlarının çözeltisinden oluşan dilüe edici ve indirgeyici solüsyondan (SP-V, Gramm GmbH, Almanya) 360 ml ve aktivatör solüsyondan (Aktivatör SG 100, Gramm GmbH, Almanya) 120 ml kullanılarak toplam 400 ml kaplama solüsyonu, 800 ml hacmindeki cam beher içerisinde hazırlandı. Hazırlanan solüsyon içerisinde manyetik karıştırıcı konuldu ve beher cihazın ilgili bölmesine yerleştirildi. Cihaz, kaplama solüsyonunu yarım saat süresince karıştırdı. Sonrasında cihazın uyarısı ile temizlik işlemlerine geçildi. Kaplamanın örnek yüzeyine yapışmasını olumsuz etkileyecek yağ ve kirlere yüzeyi arındırmak için örnekler, surfaktanlı sıvı deterjan içeren temizleyici solüsyon (Cleaner, Gramm GmbH, Almanya) içerisinde, firma önerilerine uygun olarak 3 dakika bekletildi ve sonrasında 3 dakika daha ultrasonik banyo cihazı içinde (Easyclean 3500, Faro, İtalya) temizlik işlemi uygulandı (Şekil 3. 10.a). Temizleme solüsyonundan çıkarılan kaplama başlığı ünitesi ve örnekler çeşme suyu içeren 1 nolu kap içerisinde daldırılarak 30 saniye durulama için bekletildi (Şekil 3. 10.b). Daha sonra kaplama başlığı ünitesi, homojen ve güçlü yapışan bir kaplama tabakası oluşabilmesi için metalik yüzeyleri aktive eden, hidroflorik (<math><0.5\%</math>) ve sülfirik (<math><0.15\%</math>) asit içeren aktivatör solüsyon (S-Act, Gramm GmbH, Almanya) içerisinde daldırıldı ve 3 dakika beklendi (Şekil 3. 10.c). Buradan çıkarılan örnekler çeşme suyu içeren 2 nolu kap içerisinde 30 saniye durulama için bekletildi (Şekil 3. 10.d). Kaplama başlığı ünitesinin kablosu cihaza takıldı ve sülfirik ve fosforik asit içeriği nedeniyle oldukça asidik olan (pH=1), litresinde 2 gr altın ve %0.6 oranında

potasyum siyanürat içeren ön kaplama (SG-Flash, Gramm GmbH, Almanya) solüsyonu içerisine örnekler daldırıldı. Kullandığımız kaplama solüsyonu miktarına bağlı olarak firmanın önerdiği süre boyunca (6 dakika) ön kaplama solüsyonu içinde örnek yüzeyleri ince bir tabaka altınla kaplanarak ön kaplama işlemi gerçekleştirildi (Şekil 3. 10.e). Sürenin sonunda solüsyondan çıkarılan örnekler distile su kabı içerisinde 30 saniye durulandı (Şekil 3. 10.f). Ardından örnekler görsel olarak incelendi ve tüm yüzeylerin homojen olarak altın kaplandığı gözlemlendi. Bu nedenle temizlik ve ön kaplama işlemleri tekrarlanmadan asıl kaplama işlemine geçildi. Tüm hazırlık işlemleri tamamlanana kadar kaplama solüsyonu cihaz tarafından karıştırılmaya devam etti. Kaplama başlığı ünitesine bağlı örnekler karışmaya devam eden kaplama solüsyonu içerisine tamamen daldırıldı ve kaplama başlığı ünitesi cam beherin ağzına tam olarak oturtuldu (Şekil 3. 10.g). Üretici talimatları doğrultusunda kaplama süresi 1 saat olarak ayarlandı. Sürenin sonunda cihaz otomatik olarak kaplama işlemini durdurdu ve altın kaplı örnekler hazır hale geldi (Şekil 3.11).



Şekil 3. 10: Altın kaplama öncesi ön işlemler

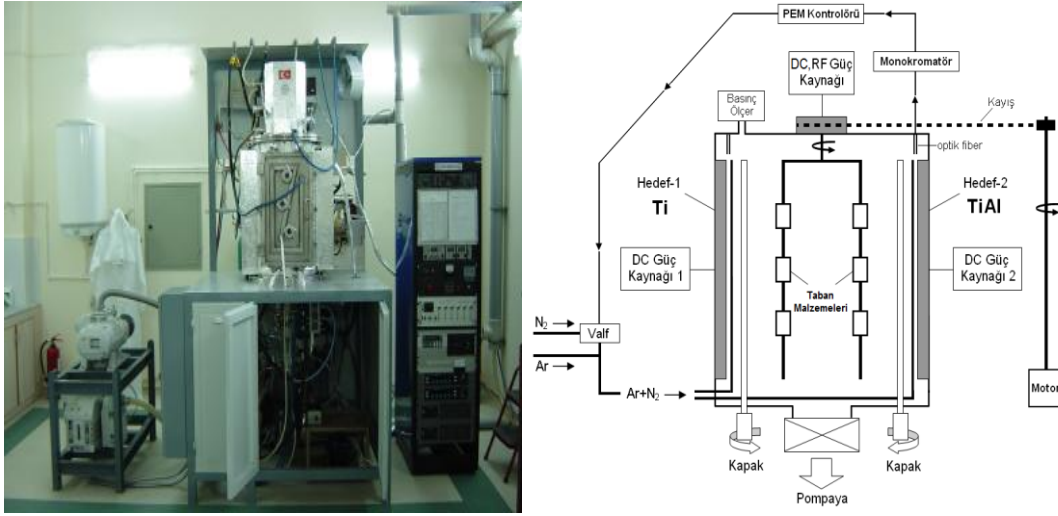
- a.** Yüzey temizliği **b.** Çeşme suyunda durulama **c.** Aktivasyon solüsyonunda bekletme
d. Çeşme suyunda durulama **e.** Ön kaplama solüsyonunda bekletme **f.** Distile suda durulama
g. Altın kaplama solüsyonuna yerleştirme



Şekil 3. 11: Altın kaplama grubu deney örnekleri

3.5.2. PVD Yöntemiyle TiN ve TiAlN Kaplamaların Uygulanması

PVD kaplama işlemleri, Erciyes Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Yüzey Teknolojileri Araştırma ve Uygulama Laboratuvarı bünyesinde kurulu olan manyetik alanda sıçratma kaplama sistemiyle gerçekleştirildi (Şekil 3. 12). Bu sistem vakum odası, kontrol ünitesi ve vakum pompalarından oluşmaktadır. Silindir şeklindeki paslanmaz çelik vakum odası, yüksek saflığa sahip iki adet hedef içermektedir. Kontrol ünitesinde, 3 kW radyofrekans (RF) güç kaynağı ve kontrol paneli, 2 adet 12 kW doğru akım (DC) güç kaynağı ve kontrol paneli, reaktif gaz kontrol birimi, gaz akış kontrol ünitesi, adaptif basınç kontrol ünitesi ile basınç ve sıcaklık ölçerler bulunmaktadır. Kaplanacak parçalar devir ayarlı bir elektrik motoru yardımıyla tek ve çift eksenli olarak döndürülebilmekte olup, ısıtma işlemi vakum odası içerisindeki rezistanslı ısıtıcılarla sağlanmaktadır. Sistem su soğutmalı olup, 40 kW'lık kesintisiz güç kaynağı ile çalışmaktadır (Şekil 3. 12).



Şekil 3. 12: PVD kaplama sistemi ve sistemin şematik görünümü

Çalışmamızda PVD kaplama yapılacak olan örnekler vakum odasına yerleştirilmeden önce 10 dakika aseton (Emboy, Türkiye) ve ardından 10 dakika % 96'lık etanol (Alkomed Kimya, Türkiye) içerisinde ultrasonik banyoda (Sonorex, Bandalin, Almanya) yıkandı ve ardından distile su ile durulandı.

Vakum odası içerisine örneklerin yerleştirilebilmesi için dikdörtgen şeklindeki bir sac levha üzerine delikler açıldı. Örneklerin yüzeylerine dokunulmadan sap kısımları bu deliklere geçirildi ve arka kısımları alüminyum folyo ile sarılarak örneklerin sabit pozisyonda durmaları sağlandı. Örneklerin üzerinde olduğu sac levha, hedefin karşısında ve 6 cm uzağında olacak şekilde vakum odası içerisine yerleştirildi (Şekil 3. 13). TiN kaplama için 1 no'lu hedef bölmesine saf Ti hedef, TiAlN kaplama için 2 no'lu hedef bölmesine TiAl alaşımı hedef (atomik %50 Ti-%50 Al) yerleştirildi. Kaplama işlemi sırasında örnekler hedefin önünde sabit tutuldu.

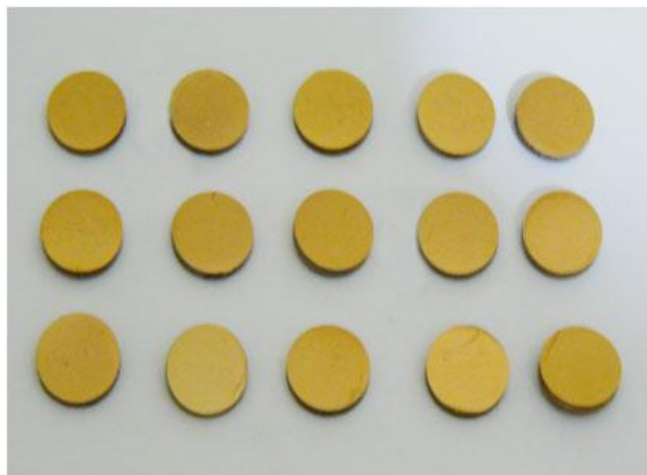


Şekil 3. 13: Kaplama işlemi öncesi deney örneklerinin sac levha üzerine sabitlenmesi (Sol) ve levhanın vakum odası içerisindeki yerleşimi (Sağ)

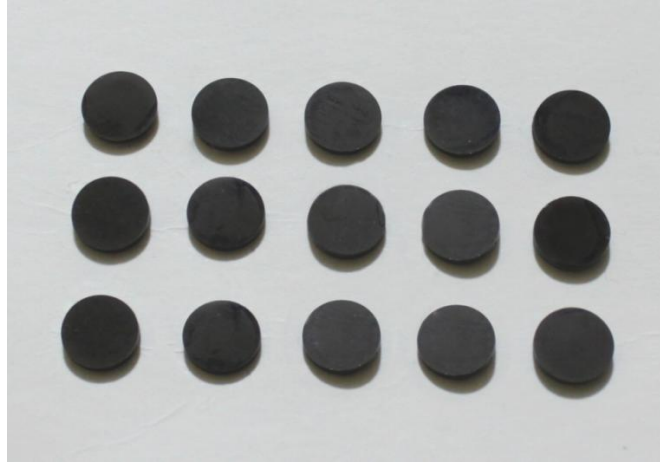
Kaplama işlemi öncesi vakum pompaları yardımıyla vakum odası 3×10^{-5} mbar basınç değerine kadar vakumlandı. Daha sonra ortama argon gazı gönderilerek basınç değeri $6,65 \times 10^{-3}$ mbar' a yükseltildi. Bu basınç değerinde örnekler 15 dakika RF temizlik uygulandı.

TiN kaplama için ortama azot gazı verilmeden önce kaplamanın yüzeye yapışmasını arttırmak için 2 dakika boyunca yüzey saf Ti ile kaplandı. Daha sonra ortama azot gazı verildi ve titanyum alt tabakası üzerinde 45 dakika boyunca TiN birikmesi sağlandı. Kaplama işlemi $3,32 \times 10^{-3}$ mbar basınç altında, örnekler -90 V bias voltajı uygulanarak ve 5000 W hedef gücü ile gerçekleştirildi. İşlem süresince vakum odasının sıcaklığı 49 °C ila 96 °C arasında ölçüldü. İşlem sonunda altın sarısı renkte TiN kaplama elde edildi (Şekil 3.14).

TiAlN kaplama için ortama azot gazı verilmeden önce kaplamanın yüzeye yapışmasını arttırmak için 1 dakika boyunca yüzey saf TiAl ile kaplandı. Daha sonra ortama azot gazı verildi ve titanyum alt tabakası üzerinde 65 dakika boyunca TiAlN birikmesi sağlandı. Kaplama işlemi $2,33 \times 10^{-3}$ mbar basınç altında, örnekler -75 V bias voltajı uygulayarak ve 4000 W hedef gücü ile gerçekleştirildi. İşlem süresince vakum odasının sıcaklığı 49 °C ila 84 °C arasında ölçüldü. İşlem sonunda füme renkli TiAlN kaplama elde edildi (Şekil 3.15).



Şekil 3. 14: TiN kaplama grubu deney örnekleri



Şekil 3. 15: TiAlN kaplama grubu deney örnekleri

3.5.3. Sol Jel Yöntemiyle Camsı ve Ag-camsı Kaplamaların Uygulanması

Çalışmamızda kullandığımız sol jel kaplamalar, Akdeniz Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümü öğretim üyesi Prof. Dr. Ertuğrul Arpaç ve ekibinin çalışmaları sonucunda elde edilmiş ve 2010 yılının temmuz ayında aynı ekipte yer alan Kiraz ve arkadaşları tarafından yayınlanarak literatürde yerini almıştır (95). İlgili çalışmada tavsiye edilen $\%85\text{SiO}_2$ - $\%15\text{Na}_2\text{O}$ - $\%5\text{Li}_2\text{O}$ yapısındaki camsı kaplama ve bu yapıya $\%3$ gümüş fosfat ilavesi ile elde edilen antibakteriyel özellikteki Ag-camsı kaplama belirtilen parametrelere uygun olarak ve çalışmayı gerçekleştiren ekip tarafından, Akdeniz Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya bölümü Anorganik Kimya Laboratuvarı'nda sol jel metodu kullanılarak sentezlendi. Daha sonra Nano-En Arge ve Danışmanlık Mühendislik Limitet Şirketi Yüzey Kaplama Laboratuvarı'ndaki daldırma kaplama ünitesi kullanılarak deney örneklerimizin yüzeyleri kaplandı.

3.5.3.1. Kaplama Çözeltilerinin Hazırlanması

3.5.3.1.1. Camsı Kaplama Çözeltisinin Hazırlanması

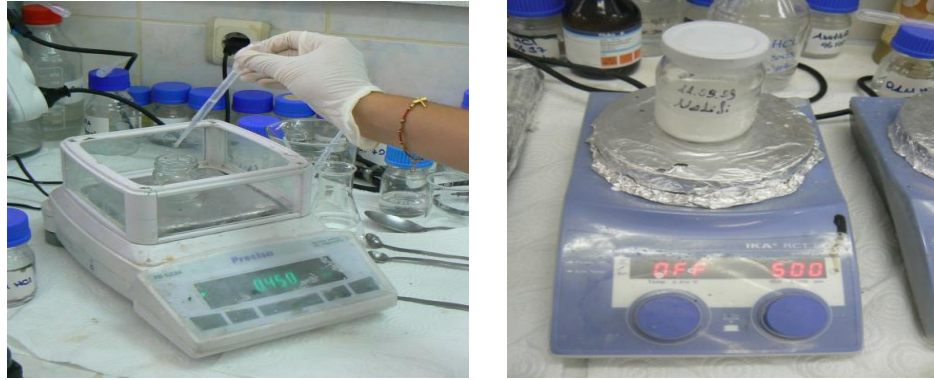
Kaplama işleminden iki saat önce camsı kaplama çözeltisi hazırlanmaya başlandı. Çözeltinin hazırlanmasında kullanılan kimyasallar, üretici firmaları, miktarları ve kullanım amaçları Tablo 3. 4' te verilmiştir.

Tablo 3. 4: Camsı kaplama çözeltisinin hazırlanmasında kullanılan kimyasallar, miktarları ve özellikleri

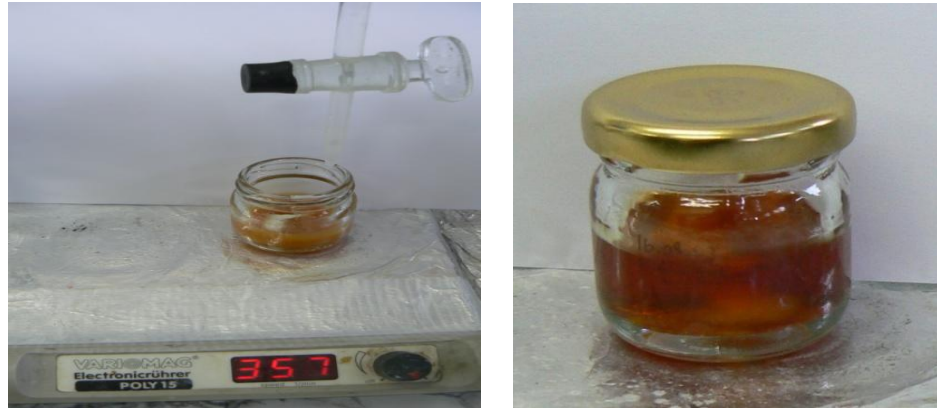
Kullanılan Kimyasallar	Safılık Derecesi	Üretici Firma	Kullanılan Miktar	Kullanım Amacı
Tetraetilortosilikat (TEOS)	>%99	Aldrich, ABD	44,500 g	<ul style="list-style-type: none"> • SiO₂ kaynağı • Camsı ağ yapısını oluşturma
Metiltrioksosilan (MTEOS)	>%99	Aldrich, ABD	13,020 g	<ul style="list-style-type: none"> • SiO₂ kaynağı • Camsı ağ yapısını oluşturma
Sodyum Hidroksit (NaOH)	≥%98	Merck, Almanya	2,904 g	<ul style="list-style-type: none"> • Na₂O kaynağı • Sinterlenme sıcaklığını düşürme • Camsı ağ yapısına katılma
Lityum Hidroksit (LiOH)	≥%98	Merck, Almanya	1,803 g	<ul style="list-style-type: none"> • Li₂O kaynağı • Sinterlenme sıcaklığını düşürme • Camsı ağ yapısına katılma
1-Metoksi-2-Propanol (PM)	%98	Aldrich, ABD	32,340 g	<ul style="list-style-type: none"> • Çözücü madde

Cam bir kavanoz içerisine MTEOS ve TEOS 1:4 oranında, binde bir grama duyarlı hassas terazide (XB620M, Precisa, İsviçre) tartılarak ilave edildi (Şekil 3. 16). Kavanoz içerisine manyetik balık atıldı ve çözelti manyetik karıştırıcı (IKA RCT basic, IKAMAC, Almanya) üzerinde 500 devir/dakika hızla 30 dakika boyunca oda sıcaklığında karıştırıldı. Daha sonra NaOH ve LiOH hassas terazi üzerinde tartılarak karışıma ilave edildi. Oluşturulan çözelti aynı manyetik karıştırıcı üzerinde optimum çözünmenin sağlanabilmesi için 1,5 saat daha karıştırıldı (Şekil 3. 16).

Sürenin sonunda ayrı bir kavanoz içerisinde 1: 5 oranında (6.46g/32.34g) deiyonize su ve çözücü olarak metoksi propanol (PM, Aldrich, ABD) hassas terazi üzerinde tartılarak karıştırıldı ve bu karışım cam büret içerisine konuldu. Çözelti 357 devir/dakika hızla çalışan manyetik karıştırıcı (Poly15, Variomag, ABD) üzerindeyken su ve çözücü karışımı büret yardımıyla 5 saniyede bir damla olacak şekilde çözelti içerisine hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonlarının gerçekleşmesi amacıyla ilave edildi. İşlem tamamlandıktan sonra 30 dakika daha karıştırmaya devam edilerek camsı kaplama çözeltisi (Camsı kaplama solü) kaplama işlemi için hazır hale getirildi (Şekil 3.17).



Şekil 3.16: Camsı kaplama çözeltisinin hazırlanması. Kullanılan kimyasalların tartılması (Sol) ve çözeltinin manyetik karıştırıcı üzerinde karıştırılması (Sağ)



Şekil 3. 17: Camsı kaplama çözeltisine su ve alkol ilavesi (Sol) ve kaplama işlemine hazır camı kaplama çözeltisi (Sağ)

3.5.3.1.2. Gümüş Katkılı Camsı Kaplama Çözeltisinin Hazırlanması

Kaplama işlemine hazır hale getirilmiş camsı kaplama çözeltisinin 50g'lık kısmı gümüş katkılı camsı kaplama işlemi için kullanıldı. Gümüş kaynağı olarak çözeltinin içerisine % 99,5 saflık derecesinde gümüş fosfat tozu (Ag_3PO_4 , Smyras, Türkiye) ilave edildi. Oluşturulacak kaplamanın % 3 oranında gümüş içermesi amacıyla 339 mg gümüş fosfat tozu kullanıldı. Manyetik karıştırıcı (IKA RCT basic, IKAMAC, Almanya) üzerinde 1 saat boyunca 1200 devir/dakika hızla karıştırılarak gümüş katkılı çözelti (Ag-camsı kaplama solü) kaplama işlemine hazır hale getirildi (Şekil 3. 18).



Şekil 3. 18: Kaplama işlemine hazır Ag-camsı kaplama çözeltisi

3.5.3.2. Örnek Yüzeylerinin Temizlenmesi

Uygulanacak kaplamaların alışımlı yüzeyine daha iyi tutunabilmesi için örneklere yüzey temizleme işlemleri uygulandı. Örnek yüzeyleri öncelikle yağ ve organik artıkları çözebilen, bazik bir solüsyon olan hekzan ile (Hexane Pure, Delta, Türkiye) silindi ve ardından çeşme suyu altında durulandı. Daha sonra örnekler 80°C sıcaklıktaki su içerisinde hazırlanmış %5'lik deterjan (P3 Almeco 18, Henkel, Türkiye) çözeltisinde 10 dakika ultrasonik banyo (Transsonic 660/H, Elma, Portekiz) işlemi ile temizlendi. Ardından %10'luk nitrik asit çözeltisinde 5 dakika bekletilerek yüzey nötralize edildi. Daha sonra örnekler distile su ile durulanıp 100°C 'lik etüvde (Thermo, Heraeus, Almanya) 1 saat kurutuldu ve ağzı kapalı petripler içinde kaplama işlemine kadar saklandı.

3.5.3.3. Örnek Yüzeylerinin Kaplanması

Kaplama işlemi Antalya Teknokenti Nano-En Arge ve Danışmanlık Mühendislik Limitet Şirketi bünyesindeki yüzey kaplama laboratuvarında gerçekleştirildi. Camsı kaplama grubu örneklerinin kaplanması için camsı kaplama solü, Ag-camsı kaplama grubu örneklerinin kaplanması için Ag-camsı kaplama solü kullanıldı. Hem camsı hem de Ag-camsı kaplama solları 0,8 mikrometrelik enjektör filtresiyle (Scleicher&Schuell filter unit, Almanya) süzülerek tozdan arındırıldı. Kaplama işlemi özel yapım bir daldırma kaplama ünitesinde gerçekleştirildi (Şekil 3. 19). Örneklerin disk şeklinde olan yüzeyleri yer düzlemi ile dik açı yapacak şekilde cihazın tutucu kısmına bağlandı ve asansör sistemiyle indirilerek solüsyona daldırıldı. Örnekler 250 mm/dakika sabit bir

hızla kaplama solüsyonu içerisinde geri çekildi (Şekil 3. 19). Yer çekiminin etkisiyle örnek yüzeyinden süzülen fazla solüsyon, örnek yüzeyine temas etmeden, sadece alt kenarına dokundurulan kâğıt havluya emdirildi. Örnekler bir süre oda ısısında bekletildi. Daha sonra örnekler, yüzeyleri yukarı bakacak şekilde ısı kontrollü bir kül fırını (LH 60/12, Nabertherm, Almanya) içerisine dizildi ve camsı yapının oluşması için ısı işleme tabi tutuldu. Fırındaki sıcaklık dakikada 1°C' lik artışla 500 °C' ye kadar yükseltildi. Bir saat boyunca sıcaklık sabit tutuldu. Daha sonra fırının kapağı açılmadan oda sıcaklığına kadar soğuması beklenildi. İşlem sonunda camsı kaplama grubu örneklerinin yüzeyinde transparan özellikte ve renksiz, Ag-camsı kaplama grubu örneklerinin yüzeyinde ise yine transparan özellikte ve sarımsı renkli kaplama tabakası elde edildi (Şekil 3. 20 ve 3. 21).



Şekil 3. 19: Daldırma kaplama ünitesi ve kaplama işlemi



Şekil 3. 20: Camsı kaplama grubu örnekleri



Şekil 3. 21: Ag-camsı kaplama grubu örnekleri

3.6. KAPLAMA İŞLEMİ SONRASI YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜNÜN ÖLÇÜMÜ

Kaplama işlemi tamamlandıktan sonra kaplama gruplarını oluşturan örneklerde tekrar yüzey pürüzlülüğü ölçümleri yapıldı. Her bir örnek için elde edilen ortalama yüzey pürüzlülük değeri “Ra2” olarak isimlendirildi. Ölçüm işleminde kaplama öncesi ölçüm prosedürleri uygulandı.

3.7. BAKTERİYEL ADEZYON DENEYİNİN UYGULANMASI

Çeşitli yüzey kaplama malzemeleri ile kaplanmış deney örneklerinin ve kaplama uygulanmamış Ni-Cr alaşımının bakteri adezyonuna etkilerini incelemek amacıyla uluslararası standartlara sahip *S. mutans* (NCTC 10499) suşu kullanıldı. Bu bakteri Ege Üniversitesi Fen Fakültesi Biyoloji Bölümü bakteri koleksiyonundan liyofilize suş şeklinde elde edildi. Buradan besi yeri üzerine ekim yapılarak bakteriler 37°C’ deki etüvde (Mammert, Almanya) 24 saatlik inkübasyona bırakıldı. Sonrasında besi yeri yüzeyinden steril öze ile toplanan bakteriler, içerisinde gliserinli Tyriptik Soy Broth (Merck, Almanya) bulunan kryotüpler (N40.3544, Orlab, Türkiye) içine aktararak -80 °C’ deki derin dondurucuda (Elcold, Danimarka) deney süresine kadar saklandı.

3.7.1. Tükürük Örneklerinin Toplanması

Periodontal açıdan sağlıklı ve ağızda aktif çürük bulunmayan, sistemik rahatsızlığı olmayan, sigara kullanmayan ve son üç ay içerisinde medikal tedavi görmemiş 4 erişkin bireyden (2 bayan, 2 erkek) tükürük toplamak için bireylerin aydınlatılmış onamları alındı (Ek.2). Sabah kahvaltısını takiben 2 saat bir şey yememeleri ve içmemeleri

istendi. Şekersiz ve tatlandırıcısız sakız (Falım, Türkiye) çiğnenmesi yoluyla tükürük uyarımı sağlandı ve ilk oluşan tükürüğü yutmaları istendi. Uyarılmış tükürük, buz dolu başka bir kabın içerisine yerleştirilen steril plastik kaplar (FıratMed, Türkiye) içerisinde toplandı (Şekil 3. 22). Her bireyin tükürüğünden enjektör (Hayat, Türkiye) ile 50 ml alınarak vida kapaklı plastik santrifüj tüplerine (AltanLab, Türkiye) aktarıldı. Tükürük karışımları 1600 devir/dakikada 15 dakika santrifüj edilerek (IEC Centra CL2, Thermo Scientific, Almanya) içerisindeki debrisin dibe çökmesi sağlandı. Üst kısımda biriken süpernatant enjektörle dikkatli bir şekilde alındı ve 0,2 mikrometrelik enjektör filtresi (Minisart, Sartorius Stedim Biotech GmbH, Almanya) ile süzülerek sterilize edildi (Şekil 3. 24). Steril tükürük 15 ml' lik vida kapaklı steril plastik tüpler (Orlab, Türkiye) içerisine bölüştürülerek -20 °C' de derin dondurucuda (Bosch, Almanya) deney aşamasına kadar saklandı.



Şekil 3. 22: Tükürük toplanması için kullanılan steril plastik kap



Şekil 3. 23: Tükürük karışımını debrislere ayırmak için kullanılan santrifüj cihazı



Şekil 3. 24: Enjektör filtresi ile tükürüğün steril edilmesi

3.7.2. Besi Yerinin Hazırlanması

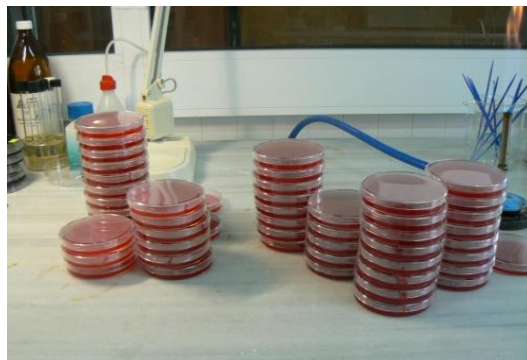
Çalışmamızda bakterilerin üretilmesi, deney örneklerine adezyonun sağlanması ve sayım işlemlerinin gerçekleştirilmesinde %5 insan kanı ile hazırlanan kanlı agar katı besi yeri kullanıldı. Besi yerini hazırlamak için 42 g kanlı agar tozu (Blood Agar Base İmproved, Neogen, Michigan, ABD) hassas terazi ile (AY 220, Shimadzu, Japonya) tartılarak otoklava dayanıklı cam şişe içerisine aktarıldı (Şekil 3. 25). Üzerine 500 ml distile su ilave edilerek tozun su ile homojen karışması sağlandı. 120 °C’ de 2 saat otoklavda (HV-L 110, Hirayama, İsveç) steril edilen sıvı haldeki besi yeri biraz ılıklaştıktan sonra, Erciyes Üniversitesi Tıp Fakültesi Kan Merkezi’nden elde edilen steril insan kanı, steril enjektör yardımıyla %5 oranında besi yeri içerisine ilave edildi (Şekil 3. 26). Elde edilen kanlı agar 9 cm çapındaki steril plastik petriler (Orlab, Türkiye) içerisine dökülerek oda ısısında jelleşmeye bırakıldı (Şekil 3. 27). Üç saat boyunca soğumaya bırakılan petriler, yüzeylerindeki fazla nemin uzaklaştırılması için 80 °C’ lik etüvde (FN 032/055/120, Nüve, Türkiye) ters çevrilmiş ve kapağı yarı açık bir biçimde 20 dakika boyunca kurutuldu.



Şekil 3. 25: Besi yeri hazırlanmasında kullanılan malzemeler



Şekil 3. 26: Besi yerine kan ilave edilmesi



Şekil 3. 27: Çalışmada kullanılan besi yeri petrileri

3.7.3. Bakteri Süspansiyonunun Hazırlanması

Kryotüpler (Orlab, Türkiye) içerisinde $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ' de stoklanan bakteri derin dondurucudan çıkarıldı. Steril öze yardımıyla bir miktar alınarak kanlı agar yüzeyine aktarıldı ve öze ile besi yeri yüzeyine yayıldı. Petri jar içerisinde yerleştirildi ve mikroaerofilik kit (Aneorocult C, Merck, Almanya) kullanılarak $37\text{ }^{\circ}\text{C}$ ' deki etüv (Memmert, Almanya) içerisinde 24 saat inkubasyona bırakıldı.

Otoklavda (2009 Trans, Türkiye) $134\text{ }^{\circ}\text{C}$ ' de 1.5 saat steril edilmiş ağzı metal kapaklı cam tüp içerisine, 5 ml steril serum fizyolojik (Polyfarma, Türkiye) konuldu. İnkübasyon sonrası petrideki besi yeri yüzeyinde üreyen bakterilerin bir kısmı tek kullanımlık steril plastik öze (LP italiana spa, Leoplast, İtaly) ile besi yeri yüzeyinden nazikçe sıyrıldı (Şekil 3. 28). Özenin ucundaki bakteri kümesi cam tüpteki serum fizyolojik içerisinde dağıtıldı (Şekil 3. 29). Sıvının homojen karışımı için cam tüp vorteks (110, Nüve, Türkiye) ile 5 sn karıştırıldı (Şekil 3. 30). Sıvının bulanıklığı densitometre cihazında (Den-1, Biosan, Litvanya) McFarland 0.5 bulanıklık standardına göre ayarlandı (Şekil 3. 31). Böylece elde edilen bakteri süspansiyonunun 1 ml' sinde 150×10^6 cfu bakteri bulunması sağlandı (155, 156).



Şekil 3. 28: Bakterilerin besi yeri yüzeyinden sıyrılması



Şekil 3. 29: Bakteri süspansiyonunun oluşturulması



Şekil 3. 30: Bakteri süspansiyonunun vorteks cihazında karıştırılması



Şekil 3. 31: Densitometre cihazı

3.7.4. Örnek Yüzeylerinde Pelikül Tabakasının Oluşturulması

Önceden steril ettiğimiz ve $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ' de sakladığımız tükürük içeren plastik tüpler, deney öncesi derin dondurucudan çıkarılarak oda ısısında çözünmeye bırakıldı. Plastik tüpün içerisinde bulunan tükürükten $100\text{-}1000\text{ }\mu\text{l}$ hacminde otomatik bir mikro pipet (Labopette, Hirschmann Laborgerate, Almanya) ile uygun büyüklükte steril pipet uçları (Tip one, Almanya) kullanılarak 1 ml alındı ve steril ependorf tüpleri (Altan Lab, Türkiye) içerisine konuldu. Tek tek paketlenerek, $134\text{ }^{\circ}\text{C}$ ' de 1 saat otoklavda (2009 Trans, Türkiye) steril edilmiş olan deney örnekleri, steril presel (Jen Sen, ABD) yardımıyla paketinden çıkarıldı. Örneklerin parlak yüzeyleri ependorf tüplerinin ağız kısmına sıkıştırıldı ve tüpler ters çevrilerek steril petri kabı içerisine dizildi (Şekil 3. 32). Pelikül tabakasının oluşması için örnekler $37\text{ }^{\circ}\text{C}$ ' lik etüvde (Memert, Almanya) 2 saat bekletildi. 2 saat sonra tükürük içerisinden çıkarılan örnekler enjektör yardımıyla 30 sn boyunca serum fizyolojik ile yıkanarak serbest proteinlerin uzaklaştırılması sağlandı. Yıkanan örnekler 37°C ' lik etüvde, steril bir petri içinde 1 saat boyunca kurutuldu.



Şekil 3. 32: Deney örneğinin tükürük içeren ependorf tüpüne sıkıştırılması

3.7.5. Örnek Yüzeylerine S. mutans Bakteri Adezyonunun Sağlanması

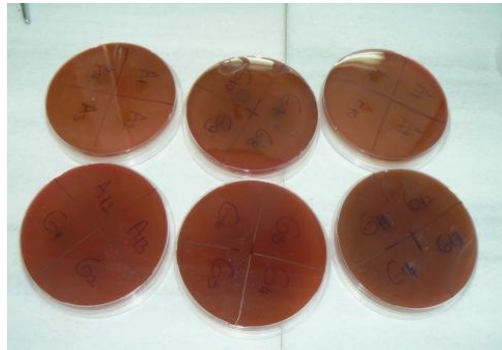
McFarland 0.5 'e göre ($150 \times 10^6 \text{ cfu/ml}$) hazırladığımız bakteri süspansiyonu vortekslenerek homojen hale getirildikten sonra $10\text{-}100\mu\text{l}$ hacminde otomatik mikro pipet (Labopette, Hirschmann Laborgerate, Almanya) ve uygun büyüklükteki steril pipet ucu (Tip One, Almanya) yardımıyla $100\text{ }\mu\text{l}$ bakteri solüsyonu tüpün içerisinden alınarak kanlı agar üzerine konuldu. Alkolle yakılarak steril edilmiş ve soğutulmuş cam baget ile bakteri içeren sıvı, katı besi yeri yüzeyine homojen olarak yayıldı (Şekil 3. 33).

Tüm yayma işlemleri tek bir kişi tarafından ve aynı baget kullanılarak yapıldı. Petriler arasında her defasında baget alkolle yakılarak steril edildi.

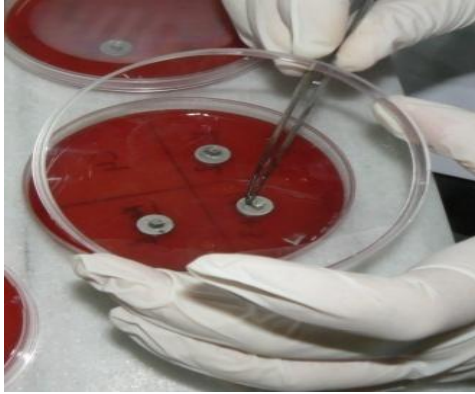


Şekil 3. 33: Bakterilerin besi yeri yüzeyine konulması ve yayılması

Petrilerin arka yüzeyleri cam kalemi ile 4 eşit bölüme ayrıldı. Her bir bölüme bir örnek konulacağı için ilgili örneğin numarası bu bölüme yazıldı (Şekil 3. 34). Pelikül kaplı örnekler steril bir presel yardımıyla sap kısımlarından tutularak, parlatılmış yüzeyleri bakteriler ile temas edecek ve petrinin merkezinden eşit uzaklıkta olacak şekilde katı besi yeri üzerine yavaşça bırakıldı (Şekil 3. 35). İnkübasyon süresince petri kapağında oluşan nemin besi yeri yüzeyine damlamaması ve örneklerin ağırlığı nedeniyle avara gömülerek bakteri üremesini etkilememesi için petriler yavaşça ters çevrildi. Dikkatli bir şekilde jar içerisine yerleştirilen petriler, örneklere bakteri adezyonunun temini için mikroaerofilik kit (Aneorocult-C, Merck, Almanya) kullanılarak 37 °C' lik etüvde (Memert, Almanya) 24 saat boyunca inkübasyona bırakıldı (Şekil 3. 36).



Şekil 3. 34: Bakteri ekimi yapılmış petrilerin numaralandırılması



Şekil 3. 35: Örneklerin besi yeri üzerine yerleştirilmesi



Şekil 3. 36: Bakteriyel adezyonun temini için petrilerin etüve kaldırılması

3.7.6. Örnek Yüzeyine Yapışan Bakterilerin Sıvı Ortama Aktarılması

24 saat sonra etüvden çıkarılan petriler dikkatli bir şekilde jardan çıkarılarak düz konuma çevrildi. Deneyler sırasında hiçbir örneğin agar yüzeyinde kaydığı veya düştüğü gözlemlenmedi. Örnekler steril presel ile arka sap kısımlarından tutularak besi yeri yüzeyinden kaldırıldı. Yüzeğe yapışmamış serbest bakterilerin uzaklaştırılması için örnekler steril enjektör yardımıyla 15 ml serum fizyolojik ile nazikçe yıkandı. Yıkama işlemi sonrası her bir örnek 2 ml serum fizyolojik ile dolu olan steril cam tüplerin içerisine atıldı (Şekil 3. 37).



Şekil 3. 37: Deney örneğinin bulunduğu serum fizyolojik içeren cam tüp

Örnek yüzeyine yapışan bakterilerin, tüpün içindeki sıvıya geçmesini sağlamak için sonikasyon metodu kullanıldı. Otuz beş kHz frekansında ses dalgaları üreten ultrasonik titreşim cihazının

(Sonorex, Bandelin, Almanya) haznesi yarıya kadar su ile dolduruldu. Delikli bir metal ızgara tabana deđmeyecek şekilde banyo haznesinin yan duvarlarına asıldı. Her örneđin aynı şiddette ultrasonik titreşime maruz kalması için metal ızgaranın sadece tek bir deliđi (sađ ön köşe) kullanıldı. Her tüp tek başına olacak şekilde 5 dakika ultrasonik titreşime maruz bırakıldı (Şekil 3. 38).

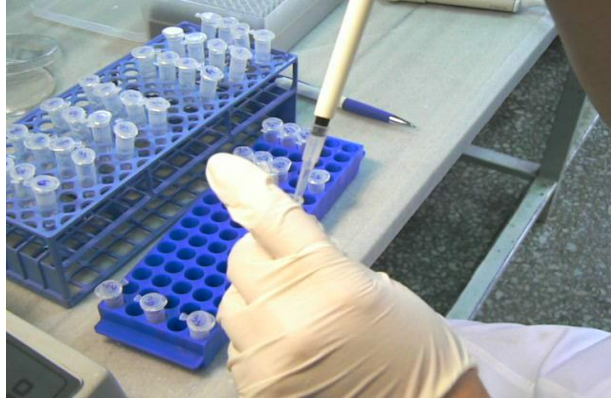


Şekil 3. 38: Ultrasonik titreşim cihazı ve deney tüpünün yerleşimi

Ultrasonik titreşim sonrası sıvıya geçen bakterilerin sıvı içerisinde homojen karışmasını sağlamak için cam tüp 10 saniye vortekslendi. Sıvı içerisindeki bakteri sayısını deđiştirmemek için deney örneđi tüp içerisinde çıkarılmadı. Tüpün içerisinde, 10-100µl hacminde otomatik mikro pipet ve uygun pipet ucu kullanılarak 100 µl sıvı alındı.

3.7.7. Mikrodilüsyon ve Koloni Sayımı

Örnek yüzeyinden sıvıya geçen bakterilerin sayısını belirlemek için mikrodilüsyon işlemi sonrası koloni sayım yöntemi kullanıldı. Mikrodilüsyon işlemi (Şekil 3.39) için ependorf tüplerine 1. sulandırma (1/10 dilüsyon), 2. sulandırma (1/100 dilüsyon), 3. sulandırma (1/1000 dilüsyon) ve 4.sulandırma (1/10000 dilüsyon) için dilüsyon solüsyonları hazırlandı. Her bir örnek için 4 adet ependorf tüpüne mikro pipet ile 900 µl steril serum fizyolojik konuldu ve tüpler 1.,2.,3. ve 4. sulandırma şeklinde numaralandırıldı.



Şekil 3. 39: Mikrodilüsyon işleminin uygulanması

Örnek yüzeyine yapışan bakterilerin aktarıldığı sıvıyı içeren cam tüpten alınmış olan 100 µl sıvı 1. sulandırma tüpüne eklenerek 1. tüpteki sıvı miktarının 1000 µl olması sağlandı (1/10 dilüsyon). Bu tüp vorteksle 5 sn karıştırılarak bakterilerin sıvıda homojen dağılımı sağlandı. Bu tüpün içerisinden mikropipetle 100µl sıvı alındı ve 2. tüpe aktarıldı (1/100 dilüsyon). İkinci tüp 5 sn vorteksledikten sonra, içerisinden mikropipetle 100µl alındı ve 3. tüpe aktarıldı (1/1000 dilüsyon). Üçüncü tüp 5 sn vorteksledikten sonra içerisinden mikropipetle 100µl alındı ve 4. tüpe aktarıldı (1/10000 dilüsyon). Sonrasında dördüncü tüpten 100 µl sıvı alınarak dışarıya atıldı. Mikrodilüsyon işlemi sırasında pipet ucunun sıvıya gereğinden fazla daldırılmamasına dikkat edildi ve tüpten tüpe bakteri transferini önlemek için her aşamada yeni bir pipet ucu kullanıldı.

Mikrodilüsyon işlemi tamamlandıktan sonra 2., 3. ve 4. sulandırma tüpleri tekrar vorteks ile çalkalanarak homojenize edildi. Her birinden mikro pipet ile 100 µl sıvı alındı ve ayrı petriyelerdeki besi yerlerine cam baget ile yayılarak ekim yapıldı. Ekim yapılan petriyeler 37 °C' lik etüvde mikroaerofilik kit kullanılarak 48 saat inkübasyona bırakıldı. İnkübasyon sonunda belirgin hale gelen koloniler, sivri uçlu bir öze veya kürdan yardımı ile üzerine batırılarak sayıldı. İçerisinde 30-300 arası koloni bulunan petriyelerde sayım işlemi gerçekleştirildi (Şekil 3. 40). Sayım sonucu ilgili örneğin dilüsyon numarasına ait tüpün 1/10'undaki bakteri sayısı belirlenmiş oldu. Buradan yola çıkarak, ilgili örnek yüzeyine yapışan bakteri sayısı olarak kabul edilen, dilüsyon yapılmadan önce sıvıya geçen toplam bakteri sayısı cfu cinsinden Eşitlik 3. 1' deki formül kullanılarak hesaplandı.

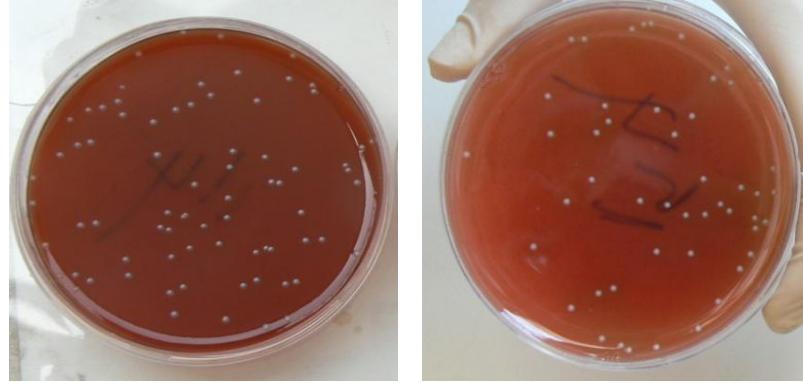
$$A = 2 \times B \times 10^{C+1}$$

[Eşitlik 3. 1]

A: Örnek yüzeyinden sıvıya geçen toplam bakteri sayısı

B: Petride sayılan koloni sayısı

C: Dilüsyon numarası



Şekil 3. 40: Koloni sayımı yapılan besi yerlerinde *S. mutans* kolonilerinin görünümü

3.8. KAPLAMA GRUPLARI ÜZERİNDE ÇİZİK TESTİNİN UYGULANMASI

Çalışmamızda uygulanan yüzey kaplama malzemelerinin Ni-Cr alaşımı yüzeyine yapışma kuvvetinin belirlenmesi amacıyla kaplama grupları üzerinde çizik testi uygulandı. Çizik testi için kaplama gruplarının her birinden rastgele seçim yöntemi ile altı örnek seçildi. Her örnek üzerinde bir ölçüm olmak üzere her grupta toplam 6 adet ölçüm gerçekleştirildi.

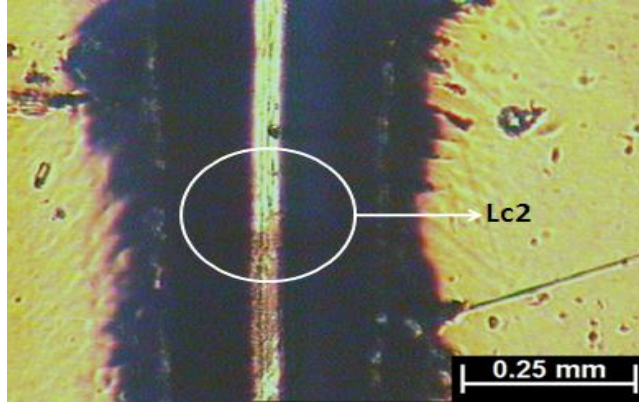
Çizik testi; ASTM C1624-05 test standartlarına uygun olan çizik test cihazında (CSM Revetest, İsviçre), 0.2 mm yarıçap ve 120°'lik uç açısına sahip Rockwell-C tipi elmas uç kullanılarak, 0-200 N yük aralığında, 400 N/dakika yükleme oranında, 10 mm/dakika yer değişim hızında gerçekleştirildi (Şekil 3. 41). Çizik testi uygulanmış deney örneğinin yakından görünümü Şekil 3.42'de görülmektedir. Kaplamanın yapışma kuvvetini belirleyen kritik yük değeri olarak, adeziv başarısızlığın görüldüğü ilk değer olan Lc2 değeri kullanıldı. Çizik yolunda kaplamanın yüzeyden sıyrıldığı Lc2 seviyesi, cihaza bağlı optik mikroskop altında incelendi ve akustik emisyon sinyal grafiğindeki pik bölgeleri ile mikroskop verileri karşılaştırılarak Lc2 değeri belirlendi (Şekil 3. 43 ve 3. 44). Elde edilen veriler kullanılarak her grup için ortalama kritik yük değerleri hesaplandı.



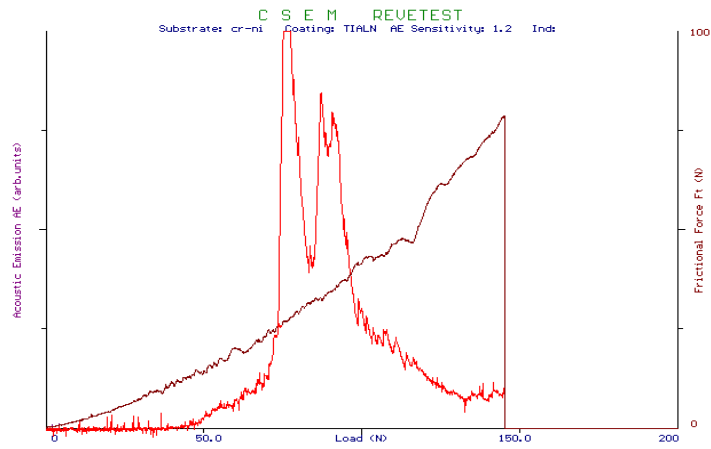
Şekil 3. 41: Çizik test cihazı



Şekil 3. 42: Çizik testi uygulanmış deney örneğinin yakından görünümü



Şekil 3. 43: Çizik testi hasar yolunun optik mikroskop görüntüsü



Şekil 3. 44: Akustik emisyon sinyal grafiği

3. 9. SEM GÖRÜNTÜLERİNİN ELDE EDİLMESİ

SEM ile yüzey topografisinin incelenmesi amacıyla her gruptan bir örneğin yüzey görüntüsü, kaplama kalınlığının ölçülmesi ve homojenliğinin değerlendirilmesi amacıyla her gruptan bir örneğin kesit görüntüsü alındı.

Yüzey topografisinin incelenmesinde Şekil 3.45'te görülen SEM cihazı (Leo440, İngiltere) ile 10000 büyütmede yüzey görüntüleri elde edildi. Camsı ve Ag-camsı kaplamalar iletken olmadıklarından püskürtme kaplama cihazı (Polaron SC7620 sputter coater, İngiltere) ile 45A° kalınlığında altın ile kaplandı. Diğer örnekler ise direkt olarak incelendi.

Kaplama kalınlıklarının ölçümü için her gruptan bir örnek, vakumla kalıplama cihazı (Labopress-1, Struers, Danimarka) kullanılarak bakalit içerisine gömüldü. Daha sonra mikro kesme cihazında (Minitom, Struers, Danimarka) kesit alındı ve kesit yüzeyi otomatik polisaj makinasında (Labapol-5, Struers, Danimarka) parlatıldı. SEM görüntüsü 8000 büyütme ile elde edildi. Kaplama kalınlıkları elde edilen SEM fotoğrafları üzerinde, ölçek kalibrasyonu yapılabilen bir bilgisayar programı (Image pro plus 6, ABD) kullanılarak gerçekleştirildi.



Şekil 3. 45: SEM cihazı

3.10. İSTATİSTİKSEL DEĞERLENDİRMENİN YAPILMASI

Çalışma sonuçlarının istatistiksel değerlendirmesi, SPSS 17. 0 (Statistical Packages for the Social Sciences, SPSS Inc, ABD) istatistiksel yazılım programı kullanılarak yapıldı. Elde edilen verilerin normal dağılıma uygunluk durumu Shapiro-wilk testi kullanılarak belirlendi. Yüzey pürüzlülüğü testinde grup içi karşılaştırmalar eşleştirilmiş-t testi ile

yapıldı. Yüzey pürüzlülüğü, bakteri adezyonu ve çizik testinde gruplar arası karşılaştırmalarda tek yönlü varyans analizi (one way ANOVA) kullanıldı. Varyansların homojenliği Levene testi kullanılarak test edildi. Çoklu karşılaştırma testi olarak (Post-Hoc testler) Dunnett T3 testi kullanıldı. İstatistiksel p değerinin 0.05'ten küçük olduğu durumlar anlamlı farklılık olarak kabul edildi.

4. BULGULAR

Bu çalışmada soy olmayan Ni-Cr dental alaşımı yüzeyine beş farklı yüzey kaplama malzemesi uygulanarak yüzey pürüzlülüğü, bakteri adezyon miktarı ve kaplama tabakalarının alaşıma yapışma kuvvetleri in vitro olarak incelendi. Bu amaçla deney gruplarının tümünde yüzey pürüzlülüğü ve bakteri adezyonu ölçümleri ve sadece kaplama grupları üzerinde çizik testi ölçümleri gerçekleştirildi. Elde edilen bulgular istatistiksel olarak değerlendirildi. Yüzey görünümünün incelenmesi ve kaplama kalınlığı ölçümleri için SEM fotoğrafları elde edildi.

4.1. YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ ÖLÇÜM BULGULARI

4.1.1. Kaplama işlemi öncesi yüzey pürüzlülüğünün değerlendirilmesi

Bu çalışmada kullanılan kaplama gruplarına ait örneklerin, kaplama işlemi öncesi ortalama yüzey pürüzlülüğü (Ra1) ve kaplama uygulanmayan Ni-Cr kontrol grubuna ait örneklerin ortalama yüzey pürüzlülüğü (Ra) değerleri Tablo 4. 1'de verilmiştir. Gruplara ait istatistiksel veriler Tablo 4. 2'de, grupların grafiksel olarak karşılaştırılması Şekil 4. 1'de gösterilmiştir. Değerler mikrometre (μm) cinsinden verilmiştir.

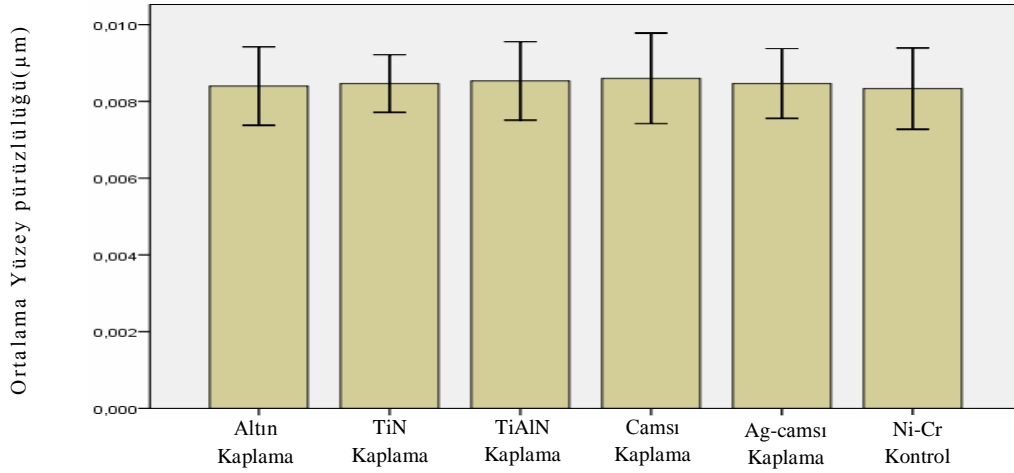
Tablo 4. 1: Deney örneklerine ait başlangıç yüzey pürüzlülük değerleri (μm)

Örnek No	Altın Kaplama (Ra1)	TiN Kaplama (Ra1)	TiAlN Kaplama (Ra1)	Camsı Kaplama (Ra1)	Ag-camsı Kaplama (Ra1)	Ni-Cr Kontrol (Ra)
1	0.006	0.007	0.006	0.006	0.007	0.012
2	0.008	0.010	0.007	0.007	0.010	0.007
3	0.010	0.009	0.011	0.012	0.007	0.006
4	0.007	0.011	0.008	0.007	0.012	0.010
5	0.008	0.007	0.007	0.007	0.008	0.007
6	0.009	0.007	0.008	0.009	0.008	0.006
7	0.006	0.009	0.009	0.009	0.009	0.007
8	0.007	0.006	0.008	0.008	0.010	0.008
9	0.007	0.009	0.012	0.013	0.009	0.009
10	0.008	0.008	0.009	0.009	0.010	0.008
11	0.008	0.010	0.007	0.007	0.008	0.010
12	0.012	0.009	0.006	0.006	0.006	0.006
13	0.009	0.009	0.009	0.008	0.009	0.008
14	0.009	0.008	0.010	0.010	0.006	0.011
15	0.012	0.008	0.011	0.011	0.008	0.010

Tablo 4. 2: Deney gruplarının başlangıç ortalama yüzey pürüzlülüğüne ait istatistiksel veriler (μm)

Deney Grupları	n	Ortalama	Standart Sapma	Minimum Değer	Maksimum Değer
Altın Kaplama	15	0.00840	0.00184	0.006	0.012
TiN Kaplama	15	0.00846	0.00135	0.006	0.011
TiAlN Kaplama	15	0.00853	0.00184	0.006	0.012
Camsı Kaplama	15	0.00860	0.00213	0.006	0.013
Ag-camsı Kaplama	15	0.00846	0.00164	0.006	0.012
Ni-Cr Kontrol	15	0.00833	0.00191	0.006	0.012

Deney gruplarına ait başlangıç ortalama yüzey pürüzlülüğü değerleri arasında farklılığın olup olmadığının belirlenmesi için gruplar arası istatistiksel karşılaştırma yapıldı. Her bir gruba ait verilerin grup içerisinde normal dağılıma uygun olduğu belirlendi (her bir grup için $p > 0.05$). Gruplar arası farklılığın tespiti amacıyla yapılan tek yönlü varyans analizinde (ANOVA) kaplama ve kontrol grupları arasında başlangıç ortalama yüzey pürüzlülükleri açısından istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmadığı tespit edildi ($p = 0.999$, $F = 0.041$). Elde edilen sonuca göre deney gruplarına ait başlangıç yüzey pürüzlülük değerlerinin denk olduğuna karar verildi.



Şekil 4. 1: Deney gruplarına ait başlangıç yüzey pürüzlülüğünün grafiksel olarak karşılaştırılması

4.1.2. Kaplama İşlemi Sonrası Yüzey Pürüzlülüğünün Değerlendirilmesi

Kaplama işlemi sonrası kaplama grubu örneklerinin her birinden elde edilen ortalama yüzey pürüzlülüğü değerleri (Ra2) Tablo 4. 3'de ve gruplara ait istatistiksel veriler Tablo 4. 4'de gösterilmiştir.

Tablo 4. 3: Kaplama grubu örneklerine ait kaplama işlemi sonrası yüzey pürüzlülük değerleri (µm)

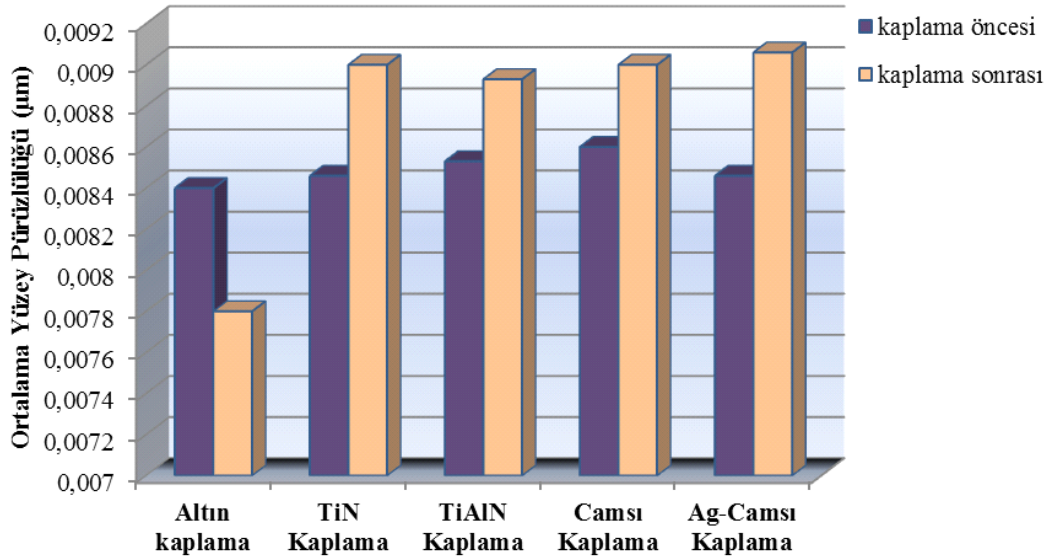
Örnek No	Altın Kaplama (Ra2)	TiN Kaplama (Ra2)	TiAlN Kaplama (Ra2)	Camsı Kaplama (Ra2)	Ag-camsı Kaplama (Ra2)
1	0.006	0.007	0.007	0.007	0.008
2	0.008	0.011	0.007	0.007	0.009
3	0.009	0.010	0.011	0.011	0.008
4	0.007	0.011	0.008	0.008	0.012
5	0.008	0.008	0.007	0.008	0.009
6	0.008	0.007	0.009	0.011	0.008
7	0.006	0.010	0.009	0.009	0.009
8	0.006	0.007	0.009	0.010	0.010
9	0.007	0.010	0.012	0.012	0.010
10	0.007	0.008	0.009	0.010	0.011
11	0.007	0.010	0.008	0.008	0.008
12	0.010	0.010	0.008	0.007	0.007
13	0.009	0.009	0.009	0.008	0.009
14	0.009	0.008	0.010	0.009	0.008
15	0.010	0.009	0.011	0.010	0.010

Tablo 4. 4: Kaplama işlemi sonrası yüzey pürüzlülüğüne ait istatistiksel veriler (μm)

Kaplama Grupları	n	Ortalama	Standart Sapma	Minimum Değer	Maksimum Değer
Altın Kaplama	15	0.00780	0.00137	0.006	0.010
TiN Kaplama	15	0.00900	0.00141	0.007	0.011
TiAlN Kaplama	15	0.00893	0.00153	0.007	0.012
Camsı Kaplama	15	0.00900	0.00160	0.007	0.012
Ag-camsı Kaplama	15	0.00906	0.00133	0.007	0.012

4.1.2.1. Yüzey Pürüzlülüğündeki Değişimin Grup İçi Karşılaştırması

Kaplama gruplarında, kaplama işlemi öncesi ve sonrası yüzey pürüzlülüğü ortalamalarında meydana gelen değişim Şekil 4. 2'deki grafik ile gösterilmiştir.



Şekil 4. 2: Kaplama işlemi öncesi ve sonrası ortalama yüzey pürüzlülüğünde meydana gelen değişimin grafiksel gösterimi

Kaplama işlemi sonrası ortalama yüzey pürüzlülüğünde meydana gelen değişim grafik üzerinde incelendiğinde altın kaplama grubunda azalma görülürken, diğer tüm kaplama gruplarında artma görülmektedir. Meydana gelen değişimlerin anlamlı olup olmadığını belirlemek için istatistiksel değerlendirme yapılmıştır. Kaplama işlemi sonrası elde

edilen grup içi Ra2 verilerinin normal dağılıma uygun olduğu belirlendiğinden (her bir grup için $p>0.05$) grup içi karşılaştırmalarda eşleştirilmiş t-testi uygulandı. Test sonuçlarına göre kaplama işlemi sonrası altın kaplama grubunda anlamlı bir azalma, TiN, TiAlN ve Ag-camsı kaplama gruplarında anlamlı bir artma tespit edildi ($p<0.05$). Camsı kaplama grubunda ise kaplama işlemi sonrası ortalama yüzey pürüzlülüğünde meydana gelen artmanın istatistiksel olarak anlamlı olmadığı sonucuna ulaşıldı ($p>0.05$). Kaplama işlemi öncesi ve sonrası elde edilen ortalama yüzey pürüzlülükleri, standart sapma değerleri ve eşleştirilmiş t-testi sonuçları Tablo 4. 5'te gösterilmektedir.

Tablo 4. 5: Kaplama işlemi öncesi ve sonrası ortalama yüzey pürüzlülüğünün grup içi karşılaştırılması

Kaplama Grupları	$\bar{X}Ra1 \pm Ss$	$\bar{X}Ra2 \pm Ss$	<i>t</i>	<i>p</i>
Altın Kaplama	0.00840 \pm 0.00184	0.00780 \pm 0.00137	-3.154	0.007*
TiN Kaplama	0.00846 \pm 0.00135	0.00900 \pm 0.00141	4.000	0.001*
TiAlN Kaplama	0.00853 \pm 0.00184	0.00893 \pm 0.00153	2.449	0.028*
Camsı Kaplama	0.00860 \pm 0.00213	0.00900 \pm 0.00160	1.468	0.164
Ag-camsı Kaplama	0.00846 \pm 0.00164	0.00906 \pm 0.00133	2.806	0.014*

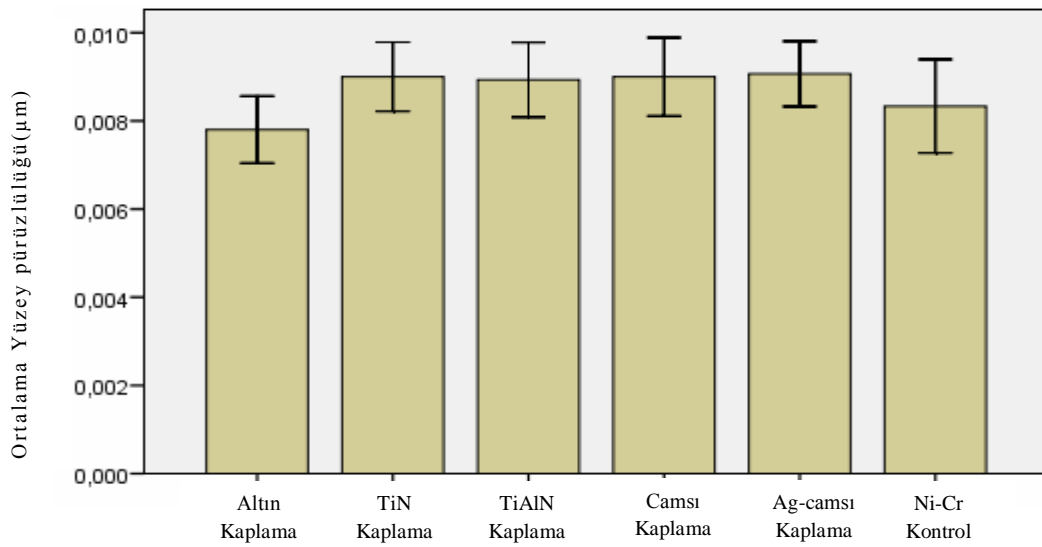
$\bar{X}Ra1$: Kaplama işlemi öncesi ortalama yüzey pürüzlülüğü, **$\bar{X}Ra2$:** Kaplama işlemi sonrası ortalama yüzey pürüzlülüğü, **Ss:** Standart sapma, **t:** Eşleştirilmiş t-testi için t tablo değeri, *****: İstatistiksel olarak anlamlı farklılığı göstermektedir.

4.1.2.2. Yüzey Pürüzlülüğündeki Farklılığın Gruplar Arası Karşılaştırılması

Yüzey pürüzlülüğü açısından, kaplama gruplarının birbirleri ve Ni-Cr kontrol grubu ile karşılaştırılması amacıyla gruplar arası karşılaştırma yapıldı (Tablo 4. 6 ve Şekil 4. 3). Kaplama gruplarına ait Ra2 verileri ve Ni-Cr kontrol grubuna ait Ra verilerinin istatistiksel normal dağılıma uygun dağılım gösterdiği belirlendiğinden (her bir grup için $p>0.05$), deney gruplarının birbirleri ile karşılaştırılması amacıyla tek yönlü varyans (ANOVA) analizi uygulandı. Bu testin sonuçlarına göre gruplar arasındaki fark istatistiksel olarak anlamlı bulunmadı ($p=0.154$, $F=1.657$). Yani çalışmamızda kullandığımız kaplama malzemelerinin hiç biri gruplar arası karşılaştırmada birbirlerine ve Ni-Cr kontrol grubuna göre pürüzlülük açısından anlamlı bir fark oluşturmadı ($p>0.05$).

Tablo 4. 6: Yüzey pürüzlülüğündeki farklılığın gruplar arası karşılaştırılması

ANOVA	Altın Kaplama	TiN Kaplama	TiAlN Kaplama	Camsı Kaplama	Ag-camsı Kaplama
Altın Kaplama					
TiN Kaplama	$p=0.281$				
TiAlN Kaplama	$p=0.344$	$p=0.999$			
Camsı Kaplama	$p=0.281$	$p=0.999$	$p=0.999$		
Ag-camsı Kaplama	$p=0.226$	$p=0.999$	$p=0.999$	$p=0.306$	
Ni-Cr Kontrol	$p=0.933$	$p=0.843$	$p=0.893$	$p=0.856$	$p=0.783$

**Şekil 4. 3:** Deney gruplarına ait yüzey pürüzlülüğünün grafiksel olarak karşılaştırılması

4.2. BAKTERİ ADEZYON DENEYİ BULGULARI

Çalışmamızdaki deney gruplarına ait örneklerden elde edilen *S. mutans* bakteri sayıları koloni oluşturan ünite (cfu) cinsinden hesaplanarak, her bir örneğe ait değerler Tablo 4. 7' de verilmiştir. Gruplara ait istatistiksel veriler Tablo 4. 8' de gösterilmektedir.

Tablo 4. 7: S. mutans bakteri adezyon deneyi bulguları ($\times 10^4$ cfu)

Örnek no	Altın Kaplama	TiN Kaplama	TiAlN Kaplama	Camsı Kaplama	Ag- Camsı Kaplama	Ni-Cr Kontrol
1	256	816	332	360	106	484
2	300	624	202	500	44	478
3	260	612	272	380	20	554
4	498	860	212	504	42	786
5	210	786	272	480	86	980
6	394	832	294	560	32	762
7	192	800	460	486	64	908
8	220	680	480	510	98	718
9	404	580	400	428	76	480
10	468	602	334	596	56	900
11	208	424	306	552	44	584
12	240	484	370	408	118	620
13	280	408	240	420	132	940
14	260	500	272	520	86	660
15	340	442	328	540	56	880

Tablo 4. 8: Deney gruplarında S. mutans bakteri adezyonu ile ilgili istatistiksel veriler ($\times 10^4$ cfu)

Deney Grupları	n	Ortalama	Standart Sapma	Minimum Değer	Maksimum Değer
Altın Kaplama	15	302.00	97.20	192	498
TiN Kaplama	15	630.00	158.70	408	860
TiAlN Kaplama	15	318.26	82.04	202	480
Camsı Kaplama	15	482.93	69.64	360	596
Ag-camsı Kaplama	15	70.66	33.03	20	132
Ni-Cr Kontrol	15	715.60	178.62	478	980

Deney gruplarından elde edilen ortalama S. mutans adezyon değerleri en yüksekten başlayarak sırasıyla, Ni-Cr kontrol grubu, TiN kaplama grubu, camsı kaplama grubu, TiAlN kaplama grubu, altın kaplama grubu ve Ag-camsı kaplama grubundan elde edildi. Grup ortalamalarındaki farklılıkların istatistiksel olarak anlamlı olup olmadığını belirlemek için istatistiksel analiz yapıldı.

4.2.1. Bakteri Adezyon Miktarı Açısından Deney Gruplarının Karşılaştırılması

Her bir deney grubuna ait *S. mutans* bakteri adezyonu verileri normal dağılım yönünden incelendi. Verilerin istatistiksel normal dağılıma uygun dağılım gösterdiği belirlendi (her bir grup için $p>0.05$). Gruplar arasındaki farkın belirlenmesi için tek yönlü varyans analizi (ANOVA) uygulandı (Tablo 4. 9). Bu testin sonuçlarına göre gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulundu ($p<0.001$, $F=62.473$). Farklılığın hangi gruplardan kaynaklandığını belirlemek için çoklu karşılaştırma testleri yapıldı. Levene testine göre gruplar arası varyanslar homojen olmadığı için ($p<0.001$) post-hoc test olarak olarak Dunnett T3 testi kullanıldı. Test sonucuna göre;

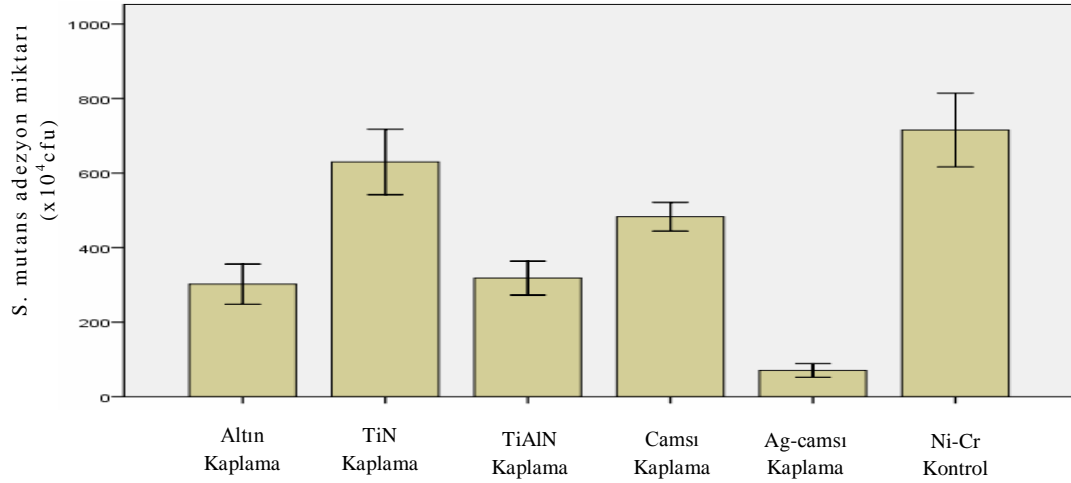
- Ag-camsı kaplama grubundaki *S. mutans* adezyon miktarının diğer deney gruplarına göre istatistiksel olarak anlamlı derecede daha az olduğu belirlendi ($p<0.05$).
- Altın kaplama grubu ile TiAlN kaplama grubu arasında istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmaz iken ($p>0.05$), bu iki grubun TiN, camsı ve Ni-Cr kontrol grubundan belirgin olarak daha az *S. mutans* adezyonu sağladığı belirlendi ($p<0.05$).
- Camsı kaplama grubundaki *S. mutans* adezyon miktarının, TiN kaplama grubundan istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık oluşturmadığı ($p>0.05$), Ni-Cr kontrol grubundan ise belirgin olarak daha az bakteri adezyonu sağladığı belirlendi ($p<0.05$).
- TiN ve Ni-Cr kontrol grupları arasında ise *S. mutans* bakteri adezyon miktarı açısından istatistiksel olarak anlamlı bir farklılık bulunmadı ($p>0.05$).

Tablo 4. 9: *S. mutans* bakteri adezyonu açısından gruplar arası farklılığın karşılaştırılması

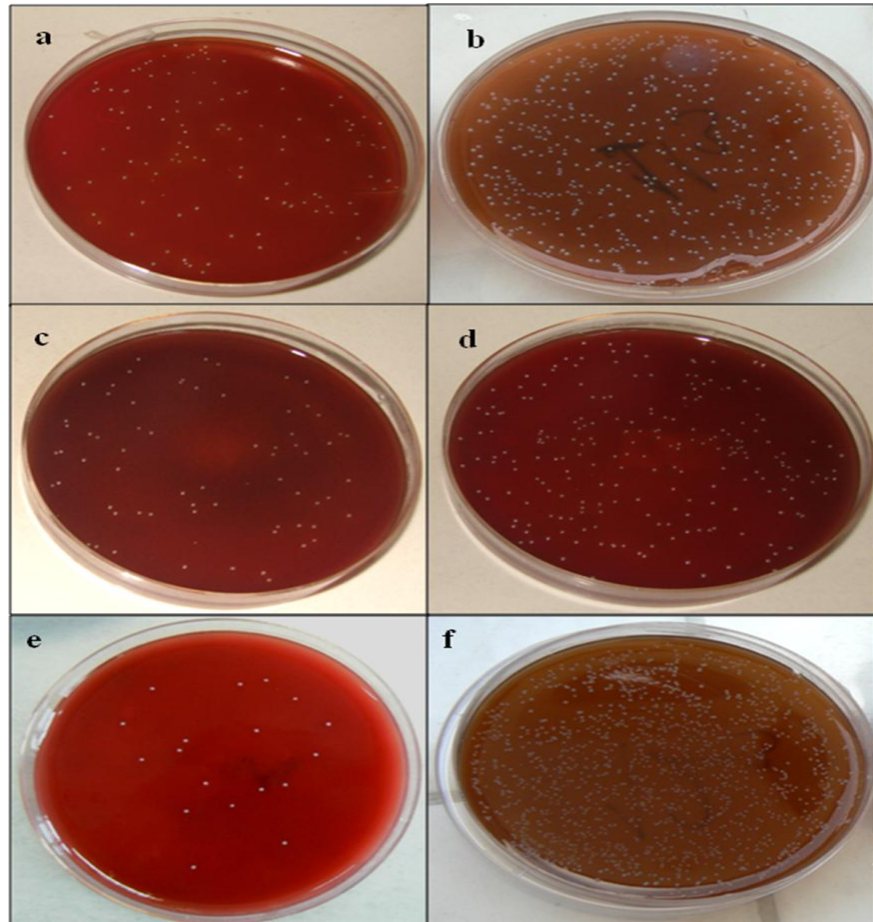
ANOVA & DUNNETT T3	Altın Kaplama	TiN Kaplama	TiAlN Kaplama	Camsı Kaplama	Ag-camsı Kaplama
^a Altın Kaplama					
^{bc} TiN Kaplama	$p<0.001^*$				
^a TiAlN Kaplama	$p=0.999$	$p<0.001^*$			
^b Camsı Kaplama	$p<0.001^*$	$p=0.051$	$p<0.001^*$		
^d Ag-camsı Kaplama	$p<0.001^*$	$p<0.001^*$	$p<0.001^*$	$p<0.001^*$	
^c Ni-Cr Kontrol	$p<0.001^*$	$p=0.917$	$p<0.001^*$	$p=0.003^*$	$p<0.001^*$

Farklı harfler gruplar arasındaki farklılığı göstermektedir. *: İstatistiksel olarak anlamlı farklılığı göstermektedir.

Deney gruplarına ait *S. mutans* adezyon miktarının grafiksel olarak karşılaştırılması Şekil 4. 4'te, deney gruplarının 3. dilüsyon tüplerinden ekim yapılan petrilerde oluşturdukları koloni yoğunlukları ise Şekil 4. 5'te görülmektedir.



Şekil 4. 4: Deney gruplarına ait *S. mutans* adezyon miktarının grafiksel olarak karşılaştırılması



Şekil 4. 5: Deney gruplarının 3. dilüsyon tüplerinden ekim yapılan petrilerde oluşturdukları koloni yoğunluklarının görünümü. **a.** Altın kaplama **b.** TiN Kaplama **c.** TiAlN kaplama **d.** Camsı kaplama **e.** Ag-camsı kaplama **f.** Ni-Cr kontrol grubu

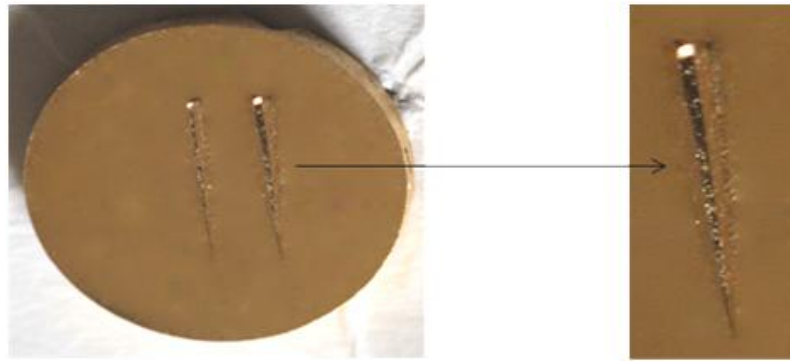
4.3. KAPLAMA GRUPLARINDA ÇİZİK TESTİ BULGULARI

Çalışmadaki kaplama gruplarında uygulanan çizik testi sonrası elde edilen Lc2 kritik yük değerleri Newton (N) cinsinden Tablo 4.10' da, gruplara ait istatistiksel veriler ise Tablo 4. 11'de gösterilmektedir.

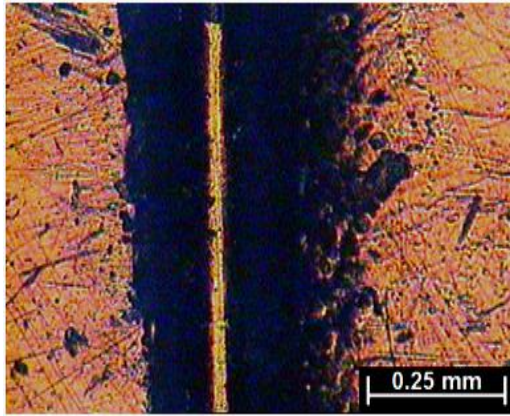
Tablo 4. 10: Çizik testi ile elde edilen Lc2 ölçüm bulguları (N)

Ölçüm no	Altın Kaplama	TiN Kaplama	TiAlN Kaplama	Camsı Kaplama	Ag- Camsı Kaplama
1	>200	64.8	116.7	27.0	22.4
2	>200	76.6	117.0	29.0	30.4
3	>200	88.6	114.9	28.0	11.0
4	>200	89.6	114.0	29.6	26.2
5	>200	76.8	115.5	28.4	17.4
6	>200	80.3	118.7	27.8	20.6

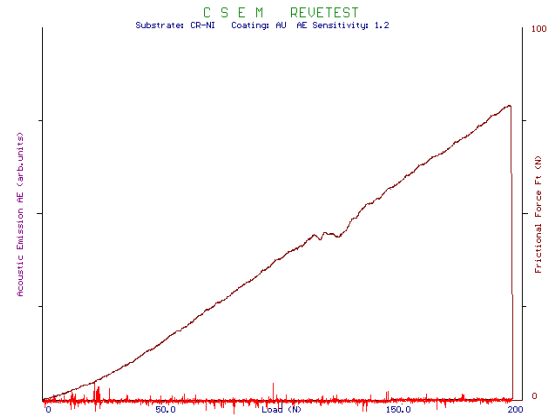
Altın kaplama grubunda yapılan altı ölçüm işleminin tamamında test cihazının uyguladığı maksimum yük değeri olan 200 N' luk yük altında bile kaplamanın taban malzeme yüzeyinden sıyrılmadığı gözlemlendi (Şekil 4. 6 ve 4. 7). Akustik emisyon sinyal grafiğinde ise kaplamanın başarısızlığına dair herhangi bir sinyal gözlemlenmedi (Şekil 4. 8). Çizik testi hasar yolunun bitim bölgesinden alınan kesit SEM görüntülerinde taban malzemenin deforme olduğunu ve buna rağmen kaplamanın yüzeyden sıyrılmadığı görüldü (Şekil 4. 9 ve 4. 10). Bu bulgular kaplamayı yüzeyden sıyırmak için gerekli yük değerinin 200 N'un üzerinde olduğunu göstermektedir.



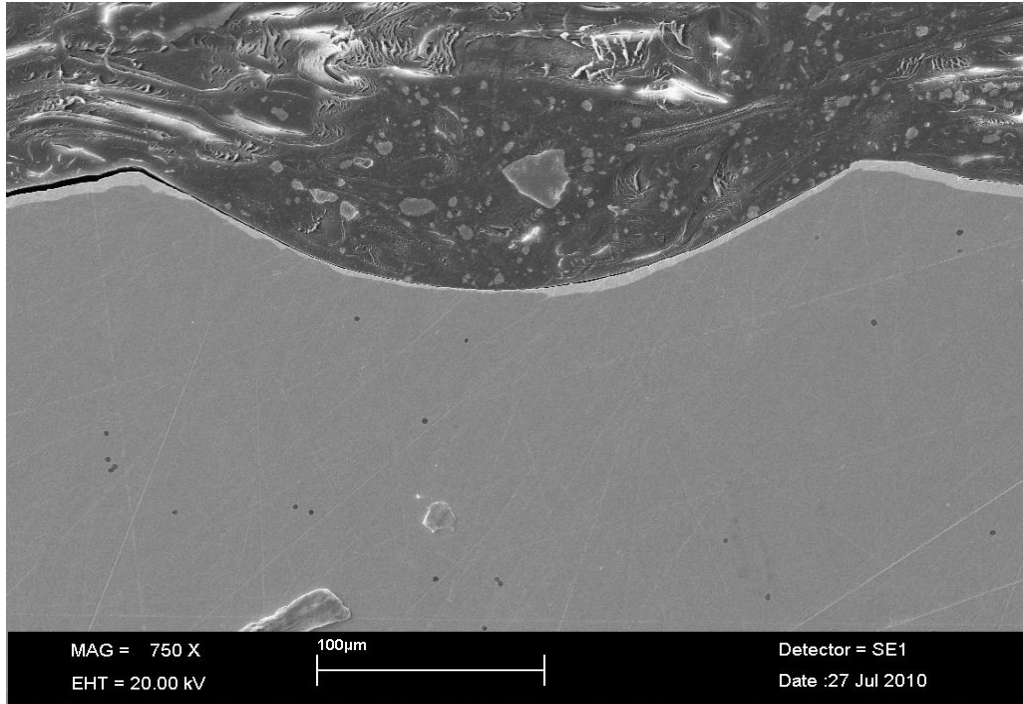
Şekil 4. 6: Altın kaplama grubunda çizik testi uygulanmış örneğin ve çizik testi hasar yolunun görüntüsü



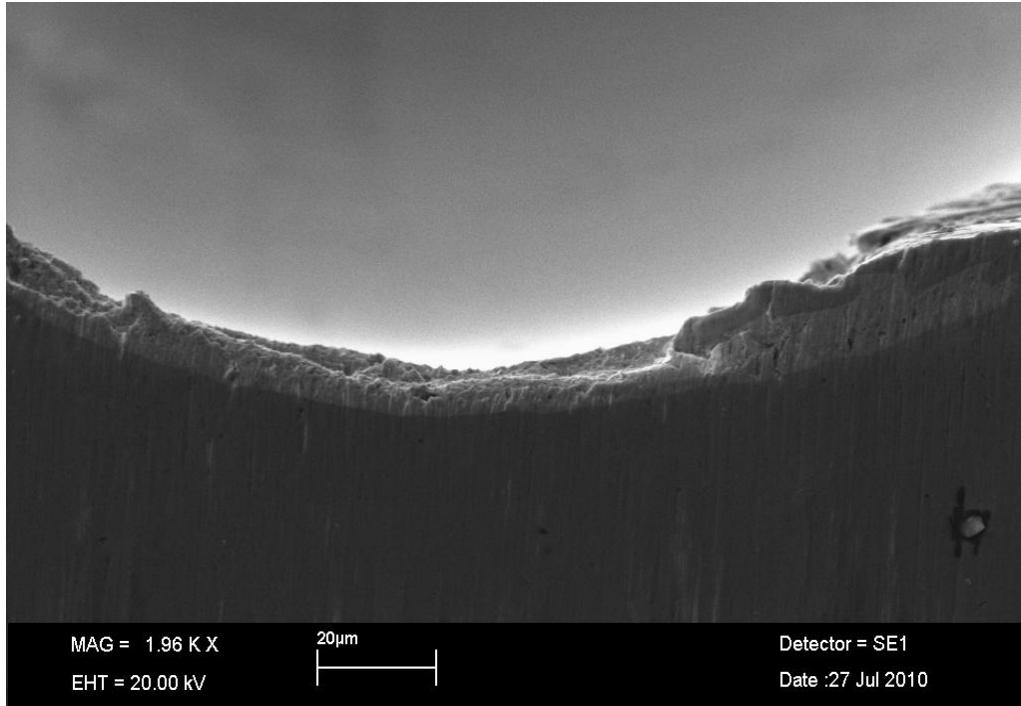
Şekil 4. 7: Altın kaplama grubunda çizik testi hasar yolunun optik mikroskop görüntüsü



Şekil 4. 8: Altın kaplama grubunda akustik emisyon sinyal grafiği



Şekil 4. 9: Altın kaplama grubunda uygulanan çizik testi sonrası hasar yolunun bitiminden alınan kesit SEM görüntüsünde taban malzeme deformasyonunun görüntüsü



Şekil 4. 10: Altın kaplama grubunda uygulanan çizik testi sonrası hasar yolunun bitiminden alınan kesit SEM görüntüsünde kaplamanın varlığı

4.3.1. Yapışma Kuvveti Açısından Kaplama Gruplarının Karşılaştırılması

Belirli bir sayısal değer elde edilemediği için altın kaplama grubu istatistiksel değerlendirme kapsamı dışında bırakılarak en yüksek yapışma kuvvetine sahip kaplama grubu olarak kabul edildi. Diğer gruplar arasındaki farklılık istatistiksel olarak karşılaştırıldı (Tablo 4. 12). TiN, TiAlN, camsı ve Ag-camsı kaplama gruplarında verilerin normal dağılıma uygun olduğu belirlendi (her bir grup için $p > 0.05$). Bu nedenle grupların karşılaştırılması için tek yönlü varyans analizi (ANOVA) uygulandı. Test sonucuna göre gruplar arasında istatistiksel bir farklılık olduğu sonucuna ulaşıldı ($p < 0.001$, $F = 362.034$). Farklılığın hangi gruplar arasında olduğunun belirlenmesi için post-hoc test yapıldı. Levene testine göre grup varyanslarının homojen olmadığı ($p = 0.016$) belirlendiğinden, post-hoc test olarak Dunnett T3 testi kullanıldı. Test sonuçlarına göre;

- TiAlN kaplama grubunda yapışma kuvveti diğer kaplama gruplarına göre istatistiksel olarak anlamlı derecede daha yüksek bulundu ($p < 0.05$).
- TiN kaplama grubunda yapışma kuvvetinin, TiAlN kaplama grubundan anlamlı derecede daha az ($p < 0.05$), camsı ve Ag-camsı kaplama grubundan ise anlamlı derecede daha fazla olduğu belirlendi ($p < 0.05$).

- Camsı ve Ag-camsı kaplama grupları arasında yapışma kuvveti açısından anlamlı bir farklılık görülmezken ($p>0.05$), bu iki kaplama grubu diğer kaplama gruplarından anlamlı derecede daha az yapışma kuvveti sergiledi.

Kaplama gruplarına ait yapışma kuvvetinin grafiksel olarak karşılaştırılması Şekil 4. 11’de görülmektedir.

Tablo 4. 11: Yapışma kuvveti açısından deney gruplarına ait istatistiksel veriler (N)

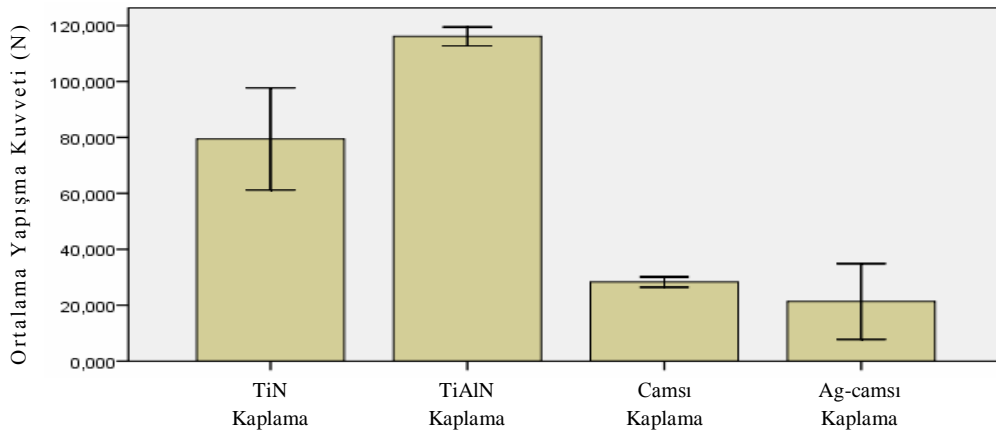
Deney Grupları	n	Ortalama	Standart Sapma	Minimum Değer	Maksimum Değer
TiN Kaplama	6	79.45	9.134	64.8	89.6
TiAlN Kaplama	6	116.13	1.681	114.0	118.7
Camsı Kaplama	6	28.30	0.918	27.0	29.6
Ag-camsı Kaplama	6	21.33	6.779	11.0	30.4

Tablo 4. 12: Yapışma kuvveti açısından gruplar arası farklılığın karşılaştırılması

ANOVA & DUNNETT T3	TiN Kaplama	TiAlN Kaplama	Camsı Kaplama
^a TiN Kaplama			
^b TiAlN Kaplama	$p=0.001^*$		
^c Camsı Kaplama	$p<0.001^*$	$p<0.001^*$	
^c Ag-camsı Kaplama	$p<0.001^*$	$p<0.001^*$	$p=0.218$

Farklı harfler gruplar arasındaki farklılığı göstermektedir.

*: İstatistiksel olarak anlamlı farklılığı göstermektedir.

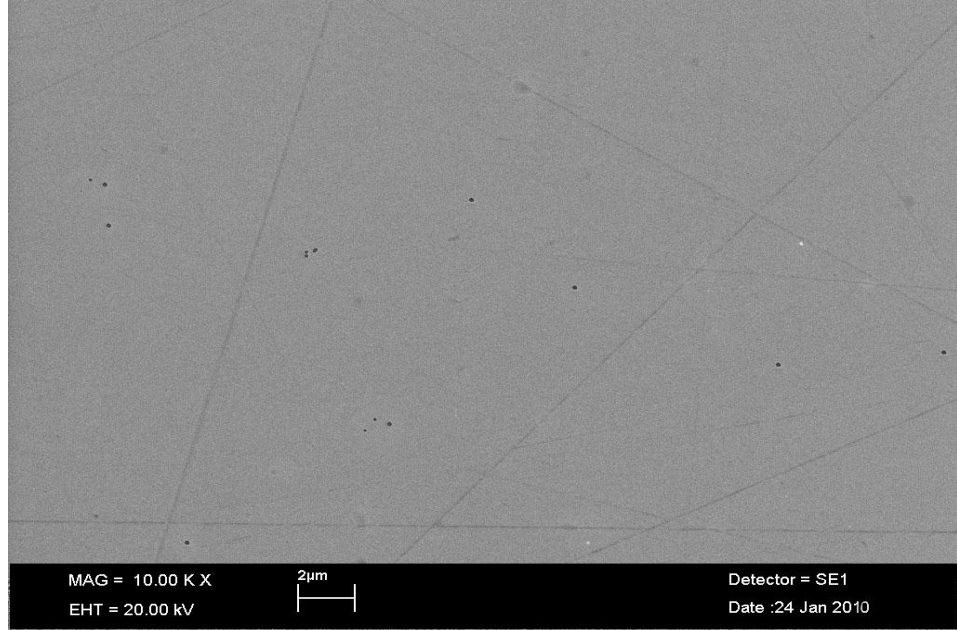


Şekil 4. 11: Kaplama gruplarına ait yapışma kuvvetinin grafiksel olarak karşılaştırılması

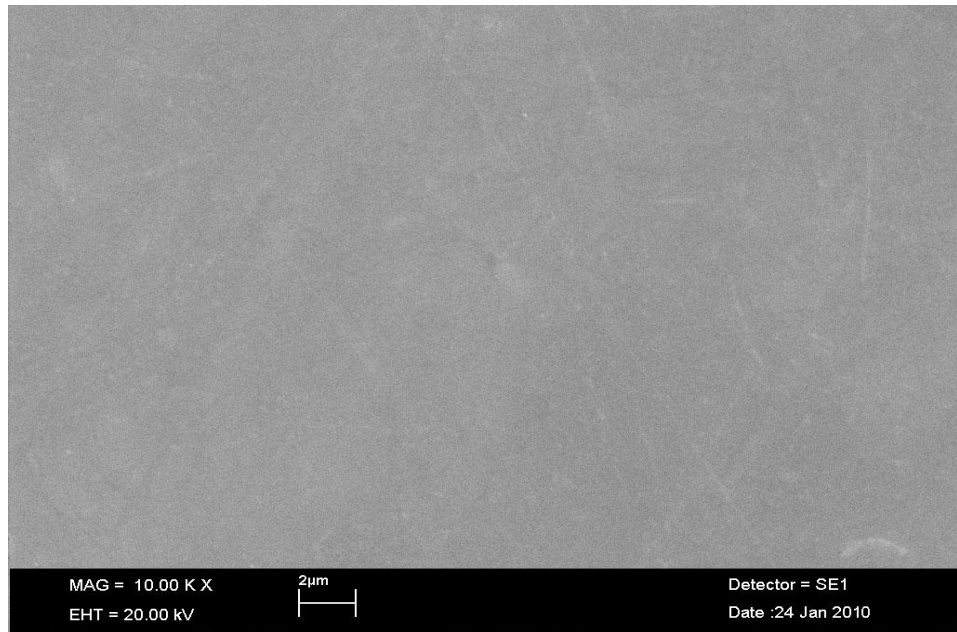
4.4. SEM DEĞERLENDİRMELERİ

4.4.1. Yüzey Görüntülerinin İncelenmesi

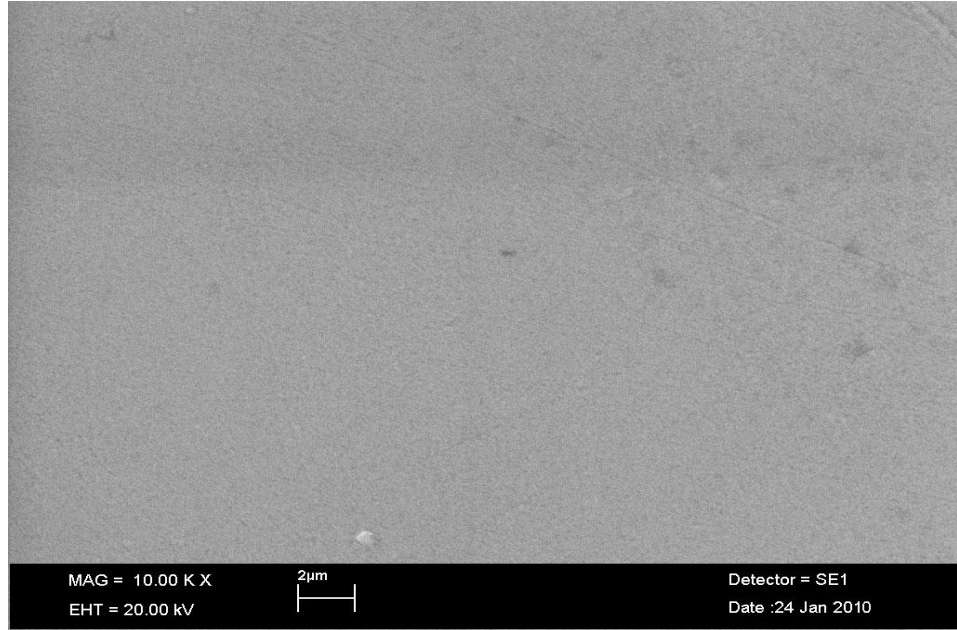
Deney gruplarından elde edilen yüzey SEM görüntüleri Şekil 4. 12 - 4. 17'de gösterilmektedir.



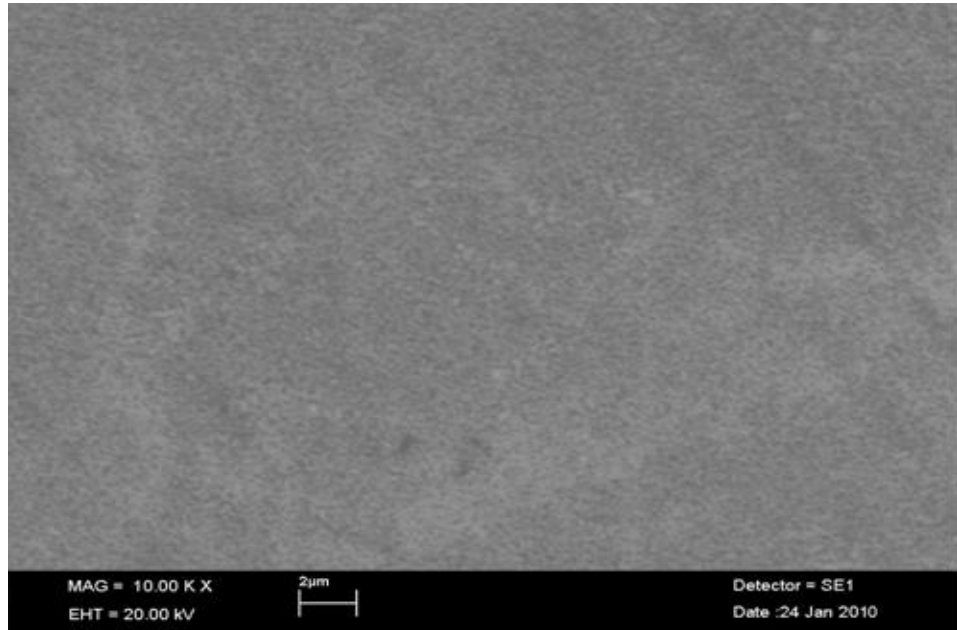
Şekil 4. 12 : Ni-Cr Kontrol grubuna ait yüzeyin SEM görüntüsü



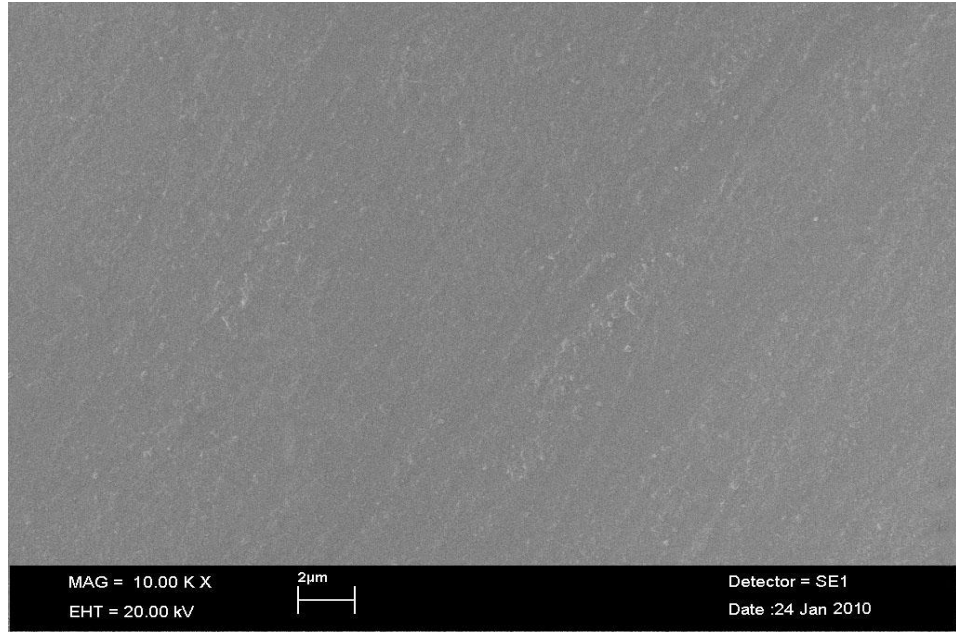
Şekil 4. 13: Altın Kaplama grubuna ait yüzeyin SEM görüntüsü



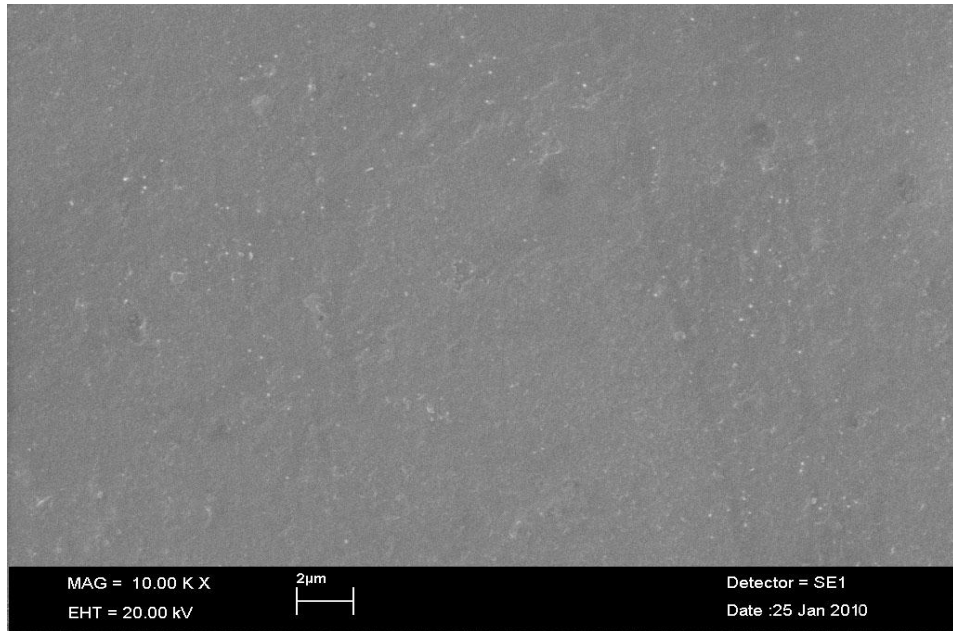
Şekil 4. 14: TiN Kaplama grubuna ait yüzeyin SEM görüntüsü



Şekil 4. 15: TiAlN kaplama grubuna ait yüzeyin SEM görüntüsü



Şekil 4. 16: Camsı Kaplama grubuna ait yüzeyin SEM görüntüsü



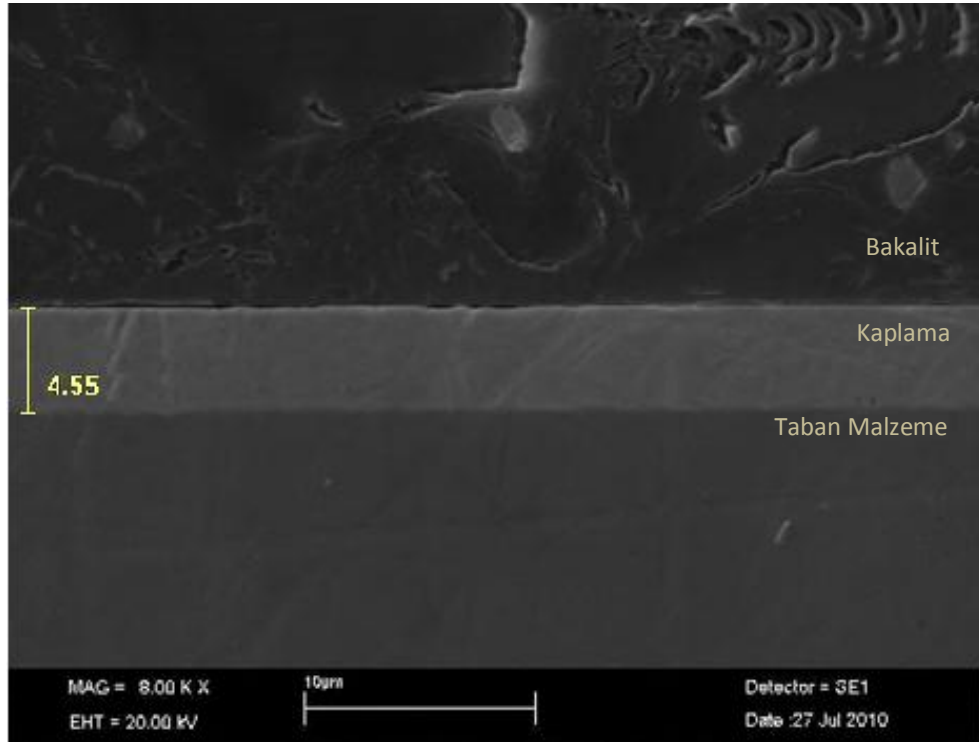
Şekil 4. 17: Ag-camsı Kaplama grubuna ait yüzeyin SEM görüntüsü

Her bir gruptan elde edilen yüzey SEM görüntüleri incelenerek aşağıdaki bulgular elde edildi;

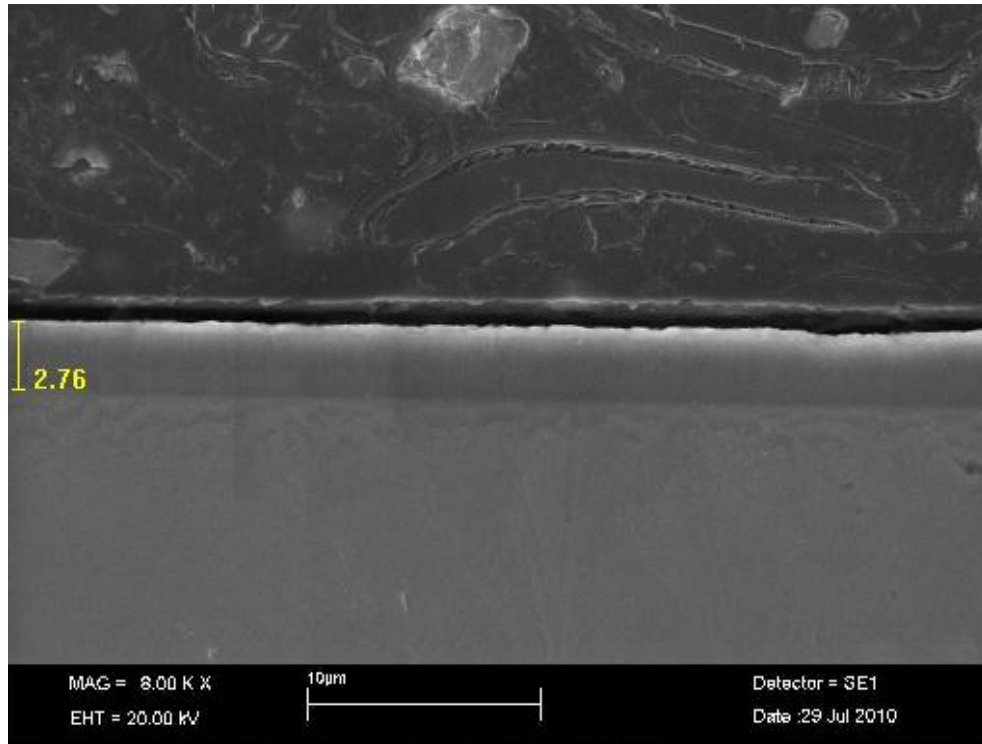
- Ni-Cr kontrol grubunda polisaj işlemi sonrasında gözle görülmeyen zımpara izlerinin, yüzeyde varlığını sürdürdüğü görüldü. Bunun yanı sıra yüzey üzerinde döküm işleminden kaynaklanan porözitelerin varlığına rastlandı.
- Altın kaplama grubunda taban malzemeye ait zımpara izlerinin kısmen azaldığı ve genel itibariyle pürüzsüz bir yüzey görünümü sergilediği belirlendi.
- TiN ve TiAlN kaplama grubunda manyetik alanda sıçratma kaplama sistemine özgü olan sütunsal büyümeye bağlı olarak oluşan nano boyutlardaki yüzey kabartıları izlendi. Bu kabartıların TiAlN kaplama grubunda biraz daha belirgin olduğu görülse de, iki kaplama malzemesinin yüzey dokusunun hemen hemen birbirine benzer olduğu görüldü. Her iki kaplama yüzeyinde de yeryer taban malzemeye ait zımpara izlerine rastlandı.
- Camsı kaplamanın sol jel kaplama yöntemine bağlı olarak oluşan nano boyutlu kabartılar içeren bir yüzey dokusuna sahip olduğu görüldü. Ag-camsı kaplama grubunun da benzer bir yüzey dokusuna sahip olduğu ve her iki kaplama türü yüzeyinde de taban malzemeye ait zımpara izlerinin örtüldüğü belirlendi.
- Tüm kaplama gruplarında taban malzemeye ait döküm porözitelerinin örtüldüğü gözlemlendi. Ayrıca herhangi bir porözite veya çatlama gibi kaplama tabakasının bütünlüğünü bozacak bir oluşuma rastlanmadı.

4.4.2. Kesit Görüntülerinin İncelenmesi ve Kaplama Kalınlıklarının Belirlenmesi

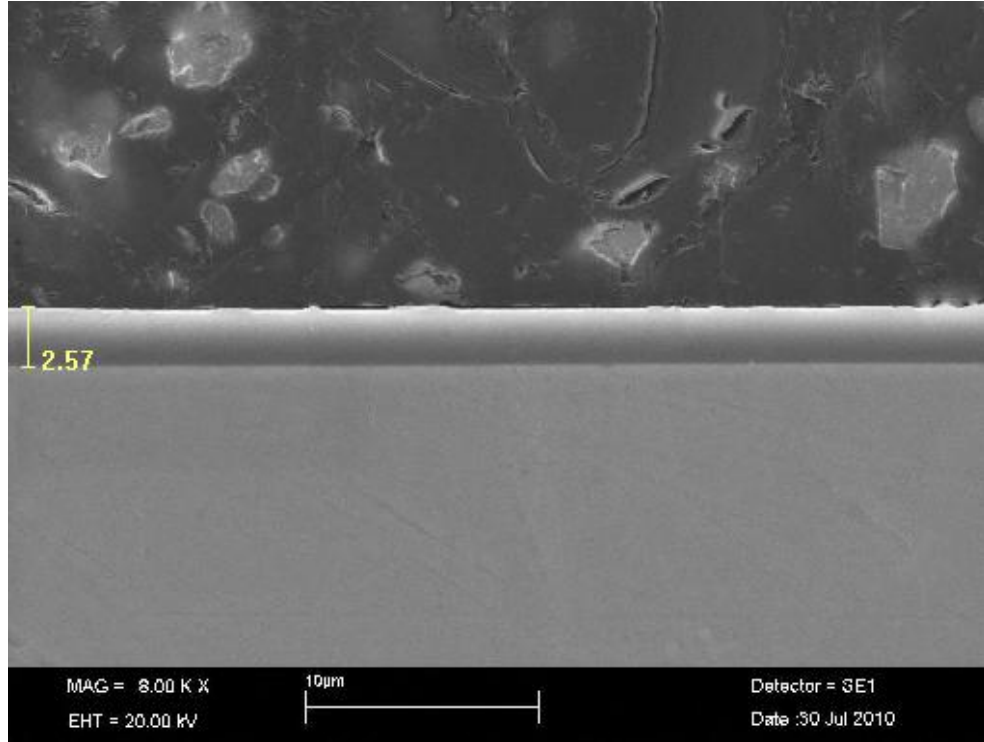
Kaplama gruplarından elde edilen kesit görüntüleri ve kaplama kalınlığı ölçümleri Şekil 4. 18 - 4.22'de gösterilmektedir. Kaplama kalınlıkları mikrometre cinsinden ölçülmüştür.



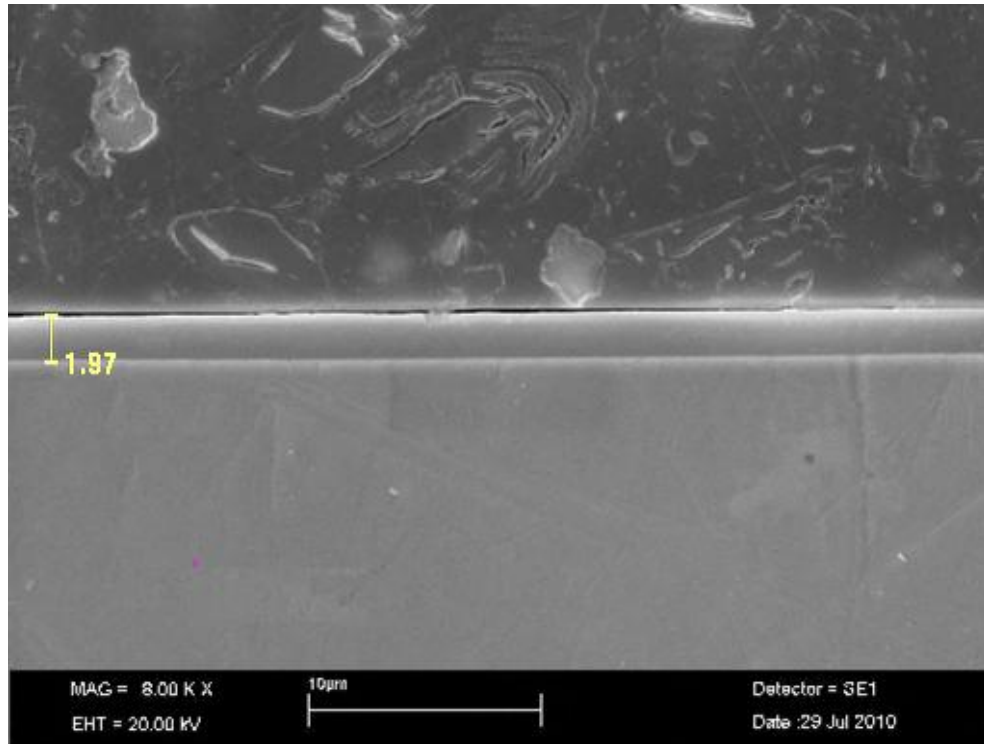
Şekil 4. 18: Altın kaplama grubu kesit görüntüsü



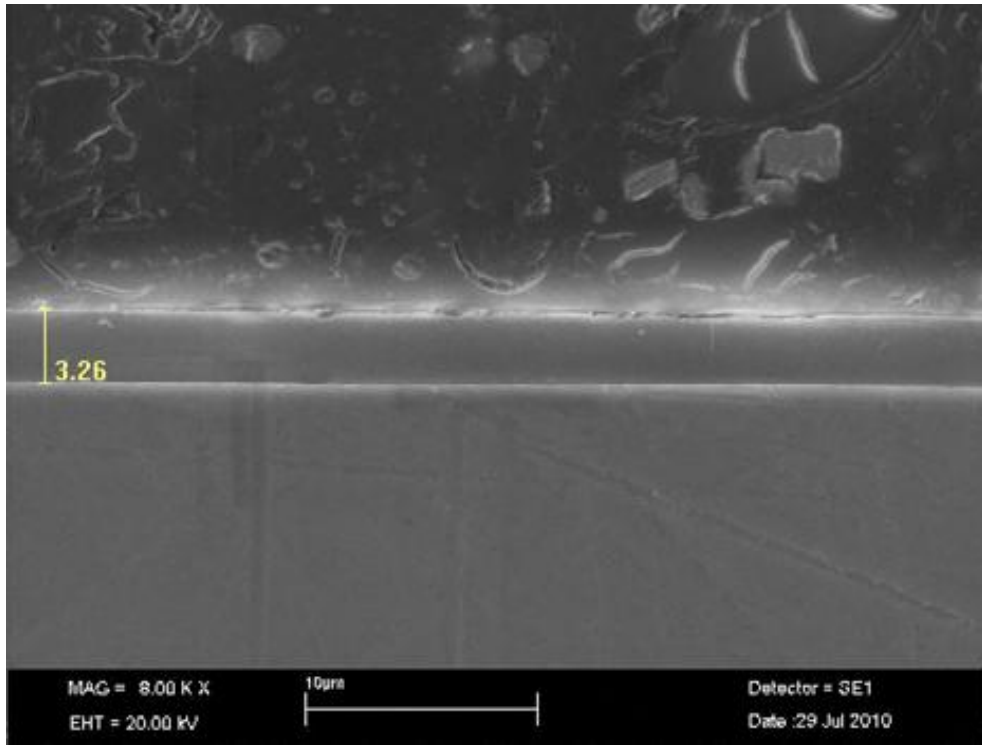
Şekil 4. 19: TiN kaplama grubu kesit görüntüsü



Şekil 4. 20: TiAlN kaplama grubu kesit görüntüsü



Şekil 4. 21: Camsı kaplama grubu kesit görüntüsü



Şekil 4. 22: Ag-camsı kaplama grubu kesit görüntüsü

Her bir gruptan elde edilen kesit SEM görüntüleri incelenerek aşağıdaki bulgular elde edildi;

- Tüm kaplama gruplarında kaplama tabakasının taban malzeme üzerinde homojen kalınlıkta uzandığı belirlendi. Kaplama tabakasının bütünlüğünü bozacak herhangi bir çatlama veya kırılma varlığına rastlanmadı. Tüm kaplama tabakalarının taban malzemeyi boşluksuz bir şekilde örttüedikleri ve poröz olmayan bir yapı sergiledikleri gözlemlendi.
- Kaplama gruplarından en kalın kaplamanın elektrolitik kaplama yöntemi ile üretilen altın kaplama grubuna ait olduğu belirlendi.
- PVD metoduyla üretilen iki kaplama tabakasının birbirine yakın kalınlıkta olduğu belirlendi.
- Sol jel yöntemi ile üretilen iki kaplama tabakasından camsı kaplama grubunun daha ince, Ag-camsı kaplama grubunun daha kalın olduğu belirlendi.
- Kaplama grupları arasında en ince kaplama kalınlığı camsı kaplama grubunda elde edildi.

5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Protetik diş tedavisinin başlıca amacı; kaybedilen diş ve dokuların rehabilitasyonunu, çevre dokuların sağlığını koruyacak şekilde gerçekleştirmektir. Uzun dönemli bir başarının sağlanabilmesi, yapım yöntemlerinin yanında kullanılan protetik malzemenin oral çevre ile sağlıklı bir birlikteliği sürdürebilmesine bağlıdır (157). Bu birlikteliğin niteliği, kullanılan malzemenin kimyası, yüzey özellikleri ve bunlara bağlı biyolojik etkileri ile yakından ilişkilidir (16, 60, 89). Periodontal dokularda enflamasyon yaratan ve ikincil çürüklere neden olan bakteri plağı oluşumu, protetik restorasyon ile doku arasındaki sağlıklı ilişkiyi bozarak restorasyonun başarısızlığına neden olabilir. Nitekim sabit protezlerin klinik başarısı üzerine gerçekleştirdikleri 15 yıllık takip çalışması sonrası Valderhug ve arkadaşları (158), destek dişe ait başarısızlıkların en fazla nedeninin çürük olduğunu belirtmişlerdir. Benzer sonuçlarla en fazla başarısızlık nedeni, Libby ve arkadaşları (4) tarafından %38, Walton ve arkadaşları (159) tarafından %22 oranında restorasyon marjindeki çürük oluşumu olarak gösterilmiştir. Fayyad ve Rafee (5) ise major başarısızlık nedeninin % 36.6 oranla periodontal hastalık, % 23.2 oranla sekonder çürük olduğunu bildirmişlerdir. Yapılan çalışmalardaki oranlar farklılık göstermekle beraber, çürük ve periodontal problemlerin sabit protezlerin klinik başarısı üzerinde oldukça büyük bir etkiye sahip olduğu literatür çalışmalarının ortak sonucu olarak görülmektedir.

Zaimoğlu ve arkadaşları (160), dişeti ve periodontal dokuların reaksiyonunda restorasyonun tasarımının önemli olduğu kadar kullanılan malzemenin cinsinin de önemli olduğunu vurgulamışlardır. Doğal diş ile karşılaştırıldığında restorasyon yüzeyinde bakteri plağı birikimi için daha büyük bir eğilim olduğu, protetik restorasyon üzerindeki plak pH'nın diş üzerindeki plak pH'ından daha az olduğu ve bu nedenle kron kenarlarında oldukça fazla miktarda görülen marjinal çürüklerle ilgili olarak protetik malzemeye komşu diş dokusunun çürük oluşumu açısından daha fazla risk altında olduğu belirtilmektedir (14, 15).

Dental malzemelerin yüzeyinde bakteriyel plağın azaltılması ve daha az bakteri yapışan malzemelerin kullanılması daima arzu edilmiştir. Adamczyk ve Spiechowicz (9), sabit protezlerde kullanılan çeşitli malzemelerin in vivo plak birikim oranlarını ve kompozisyonunu incelemişler ve farklı malzemeler üzerinde oluşan plak miktarı ve kompozisyonun da farklı olduğunu belirtmişlerdir. Goodson ve arkadaşları (161) plak birikimine dirençli yüzeylerin önemli olduğunu ve protetik malzemenin seçiminde bu özelliğin dikkate alınması gerektiğini belirtmişlerdir. Plak birikimine etkileri açısından protetik diş tedavisinde kullanılan mevcut malzemeleri birbiriyle karşılaştıran çeşitli çalışmalar yapılmış ve içlerinden en az bakteri yapışan malzemeler belirlenmeye çalışılmıştır (40, 60).

Yüzey kaplama teknolojileri tek bir malzemenin elde edilmesi ekonomik veya mümkün olmayan çeşitli özellikleri, malzemenin kendisini değiştirmeden sadece yüzeyini ince bir kaplama tabakasıyla örterek sağlayabilmektedir. Uygulanan kaplama işlemi sayesinde malzemenin yüzeyi tamamen değişmekte ve tabandaki malzemenin bazı olumsuz özellikleri maskelenebilmektedir. Bir malzemenin yüzey özelliklerini en dış atomik tabakanın yapısı belirlediğinden, herhangi bir malzemenin ömrü, performansı, yorgunluk ve korozyon davranışının yanı sıra kimyasal, termal, optik, elektriksel, manyetik ve biyolojik özelliklerine etki eden en önemli parçayı malzemenin yüzeyi oluşturmaktadır (10, 116). Bu nedenle pek çok araştırmacı yüzey özelliklerinin modifikasyonu için bugüne kadar çok sayıda kaplama malzemesi geliştirmiş ve bu malzemelerin günlük hayatta kullanıma geçmesini sağlamıştır. Günümüzde yüzey kaplama teknolojileri, malzemeleri aşınma ve korozyondan korumak, estetik görünüm kazandırmak, biyoyumlu hale getirmek gibi çeşitli amaçlarla endüstrinin birçok kolunda ve genel tıp alanında yaygın olarak kullanılmaktadır. Diş hekimliğinde çok sayıda malzeme kullanılmasına rağmen, yüzey kaplama teknolojileri ile ilgili yapılan araştırmaların azlığı dikkat çekmektedir. Mevcut çalışmaların çoğunun, korozyon ve biyoyumluluğu iyileştirmek amacıyla gerçekleştirildiği görülmektedir. En fazla üzerinde çalışılan malzeme ise implant tedavisinin popüler olması nedeniyle titanyum olmuştur. Sabit protezlerde kullanılan Ni-Cr alaşımı yüzeyine uygulanabilecek yüzey kaplama malzemeleri ve bunların bakteriyel adezyona etkileri üzerine yapılan çalışma sayısı ise son derece azdır.

Bu çalışmada sabit protezlerde kullanılan Ni-Cr dental alaşımı üzerine, güncel yüzey kaplama teknolojileri yardımıyla beş farklı kaplama malzemesi uygulanmış ve bu malzemelerin yüzey pürüzlülüğü ve bakteri adezyonu üzerine olan etkileri değerlendirilmiştir. Ayrıca bir kaplamadan beklenen en önemli özelliklerden biri olan kaplamanın yüzeye yapışma kuvveti ölçülerek, mekanik olarak zorlayıcı koşullar altında hangi kaplamanın daha başarılı olacağı tahmin edilmeye çalışılmıştır.

5.1. YÖNTEMİN TARTIŞILMASI

Diş ve dişeti dokusu ile en yakın temasta bulunan malzemeler restorasyonun biyolojik rolünde primer olarak etkili olduklarından, bu konumdaki protetik malzemelerin davranışları önemle incelenmektedir (16, 60). Günümüzde tam seramik sistemler, metal destekli sistemlere alternatif olarak gösterilse de, diş ve implant destekli protezlerde uygulanan sabit protetik tedavide hala en yaygın tedavi seçeneği olarak metal destekli seramik restorasyonlar kullanılmaktadır. Metal destekli seramik restorasyonlarda metal alaşımının lokalizasyonuna bakıldığında, diş ve diş etiyle en yakın komşulukta olan malzeme olduğu görülmektedir. Metal seramik restorasyonlarda seramik üst yapının restorasyon marjinine kadar uzatılması, porselenin kırılmasına veya overkonturlu restorasyona neden olabileceğinden, marjinal bölgelerde daha ince şekillendirilebilen metal bant kullanımı önerilmektedir (3). Ayrıca protetik restorasyon dizayn edilirken metal alaşımlarının estetik olmayan görünüşleri, bu alaşımların temizlenmesi zor olan ağız iç ve arka bölgelerine yerleştirilmesine ve diş eti cebi içerisine saklanmasına neden olmuştur. Bu alanlar hem dil, yanak ve tükürüğün temizleyici etkisinden uzak, hem de hasta tarafından zor ulaşılan ve sıklıkla temizliği ihmal edilen bölgelerdir. Nitekim Schrott ve arkadaşlarının çalışmasında (162) sabit protezlerin lingual alanlarında daha fazla plak birikimi ve diş eti kanamasına eğilim olduğu bildirilmiştir. Üstelik sabit protezler, hareketli protezler gibi ağız dışarısında temizlenebilme imkânına da sahip değildirler. Metal alaşımının bu olumsuz lokalizasyonu, alaşımın üzerinde plak birikim olasılığını arttırmaktadır. Ağız içerisinde bulunduğu lokalizasyonun önemi ve zor temizlenme şartları göz önüne alınarak, çeşitli kaplama uygulamaları ile yüzey özelliklerini modifiye etmeyi amaçladığımız bu çalışmada ana malzeme olarak sabit protezlerde kullanılan bir metal alaşımı seçilmesine karar verilmiştir.

Metal seramik restorasyonların yapımında başta ekonomik olmak üzere bazı üstün fiziksel özellikleri nedeniyle soy olmayan metal alaşımlarının oldukça yaygın olarak

kullanıldığı ve en fazla tercih edilen alaşımın ise Ni-Cr alaşımı olduğu görülmektedir (1, 14, 16, 17, 74). Ekonomik nedenlerden dolayı soy olmayan metal alaşımların kullanımının artması ile birlikte, ağız içerisinde metalik tat ve ağız kuruluğu hissi, ağız mukozasının lokal erozyonu, lökoplazi ve liken planus gibi prekanseröz lezyonlarla birlikte alerjik reaksiyonlara rastlanmaya başlandığı belirtilmektedir (14). Dalkız ve arkadaşları (157), Ni-Cr alaşım restorasyonların soy alaşım restorasyonlardan daha fazla plak birikimi sergilediğini ve ekonomik nedenlerden dolayı Ni-Cr alaşımı kullanılacaksa, hastaların kısa periyotlarla kontrol edilip ağız hijyeninin optimal seviyede tutulmasının sağlanması gerektiğini bildirmişlerdir. Ayrıca soy olmayan alaşımlarda döküm işlemi sonrası soy alaşımlara oranla daha az marjinal uyum elde edilebilmesi, bu bölgeyi plak birikimi açısından daha çekici hale getirmekte ve restorasyonun başarısızlık oranını arttırmaktadır (4). Ek olarak birçok araştırmacı Ni-Cr dental alaşım yüzeyine yapışan dental plağın pH'ı düşürücü etkisi ile alaşım etrafında asidik ortam oluşturduğunu ve bu sayede element salınımı, sitotoksikite ve alerjik reaksiyonların görülme sıklığının arttığına dikkat çekmiştir (13, 14, 21). Ma ve arkadaşları (163), Ni-Cr, Co-Cr ve titanyum dental alaşımlarını 5,6 ve 7 olmak üzere iki farklı pH değerindeki yapay tükürük içerisinde bekletmişler ve her iki pH değerinde de en fazla pürüzlülük artışının Ni-Cr alaşımında olduğunu, korozyona karşı diğer alaşımlardan daha düşük dirençli olması nedeniyle yüzey polisajını koruyamadığını bildirmişlerdir. Tüm bu nedenlerden dolayı soy olmayan bir alaşım yüzeyini daha az bakteri yapışan bir yüzey haline getirmek, plak birikimine bağlı dezavantajların etkisini azaltmaya yardımcı olabilir. Bu nedenle çalışmamızda sabit protezlerde kullanılan soy olmayan bir metal alaşımı kullanılmasına karar verilmiş ve yaygın kullanımı nedeniyle Ni-Cr alaşımı ana malzeme olarak seçilerek sahip olduğu dezavantajları azaltacak yüzey kaplama alternatifleri değerlendirilmeye çalışılmıştır.

Ağız içerisinde kullanılacak bir malzemeye patojen plak bakterilerinin adezyon miktarı, çevre dokuların sağlığı ve malzemenin klinik performansı açısından önemli görülmektedir (74). Dental plağın %70'inin bakteriler tarafından oluşturulduğu ve streptokokların ise plak içerisinde en fazla bulunan bakteri türü olduğu bilinmektedir (6, 164). Streptokok türlerinden biri olan *S. mutans* ise ağız içerisindeki en karyojenik bakteridir ve ortamda karbonhidrat olmasa dahi düşük plak pH'ının devamlılığını sağlar (165). Ayrıca plak oluşumunda primer kolonizer olarak rol alır. Yani *S. mutans*'ın pelikül yüzeyinde bulunması, diğer bakterilerin bu bölgeye göç ederek yerleşmesini ve

plağın olgunlaşmasını sağlar (60). Bu nedenle bir çok çalışma tarafından dental malzeme yüzeyindeki *S. mutans* adezyonu, plak birikim miktarı ve çürük gelişim olasılığının bir göstergesi olarak değerlendirilmekte ve dental malzemeler ile ilgili yürütülen *in vitro* bakteri adezyon deneylerinin çoğunda *S. mutans* bakterisi kullanılmaktadır (60, 66). Ağız içerisindeki en odontopatojen bakteri olması ve plak oluşumunda primer kolonizer olarak etkin rol alması nedeniyle, bu çalışmada kullanılan malzemelerin bakteriyel adezyona etkilerini değerlendirmek amacıyla *S. mutans* bakterisi kullanılmıştır. Optimum sonuçların elde dileyebilmesi için, literatürde tavsiye edildiği (47) ve birçok çalışmada kullanıldığı gibi (66-68) uluslararası standartta bir suş kullanımı tercih edilmiş ve Destan ve Nikawa'nın çalışmalarında olduğu gibi NCTC 10449 numaralı *S. mutans* suşu kullanılmıştır (67, 74).

In vitro testlerin *in vivo* koşulları ne derece yansıttığı şüpheli olmakla beraber standardizasyonun kolay sağlanabilmesi, deneysel kontrolünün daha kolay olması, etik problemler oluşturmaması gibi avantajları söz konusudur. *In vivo* testler gerçeği daha iyi yansıtmaya rağmen, karmaşık olan sistemik etkileşimler deney sonuçlarını etkileyebilmektedir (166). Bunun yanı sıra *in vitro* koşullarda tek bir bakteri cinsiyle oluşturulan biyofilm ile, *in vivo* olarak birçok mikroorganizmanın bir araya gelmesiyle oluşan biyofilm arasında benzer yapısal özellikler görülmüştür. Erdem çalışmasında (167), plak oluşumunun karmaşık yapısını anlamak için *in vitro* koşullarda tek bir bakteri üzerinde çalışılabileceğini belirtmiştir. Ayrıca bileşimi yeni oluşturulmuş malzemelerin etik şartlar göz önüne alınarak *in vivo* koşullardan önce *in vitro* olarak test edilmesi gereklidir. Sol jel yöntemi ile hazırladığımız camsı ve Ag-camsı kaplamaların yeni bir kimyasal bileşime sahip olması ve canlı doku üzerinde yapılmış bir çalışmanın henüz mevcut olmaması, bu çalışmada *in vitro* deney koşullarının öncelikli olarak tercih edilmesine neden olmuştur.

An ve Friedman tarafından yayınlanan derlemede, *in vitro* bakteri adezyon deneyleri için örnek oluşturmada kullanılan en yaygın yöntemin, malzemeye ait belirli boyutlarda disk veya kare şeklinde örneklerin hazırlanması olduğu bildirilmiştir (47). *S. mutans* bakterisine adezyonun *in vitro* olarak değerlendirildiği çalışmalarda, Bürgers ve arkadaşları (66) ile Destan (74), 10 mm çapında örnek kullanımını tercih etmişlerdir. Bu çalışmada Ni-Cr alaşımı örnekler literatürdeki diğer *S. mutans* adezyon çalışmalarıyla uyumlu olarak 10 mm çapında yuvarlak diskler şeklinde hazırlanmıştır.

Ni-Cr alařımını ana malzeme olarak kullanan alıřmalar incelendiđinde deney rneklerinin iki Őekilde hazırlandıđı grlr. Birinci yntemde deney rneđi, alařımın ingotundan belirli boyutlarda disklerin kesilmesi yoluyla elde edilir (90, 168). İkinci yntemde ise klinik kullanıma benzer Őekilde deney rneđi, mum modelajdan dkm yoluyla elde edilir. Dkm iřlemi sonrası alařımın sertlik, porzite, polisajlanabilirlik ve kimyasal yapısında deđiřimlerin olabileceđi gz nne alınarak, bu alıřmada kullanılan deney rnekleri alařımın ingotundan kesilerek deđil, klinik kullanıma benzer Őekilde mum modelajdan hazırlanan rneklerin dkm yoluyla elde edilmiřlerdir.

Aksoy ve arkadařları (169), farklı dkm yntemlerini karřılařtırdıkları alıřmalarında indksiyonlu dkm cihazlarında daha yksek dklebilirlik deđerleri saptamıřlardır. Bu nedenle bu alıřmada dkm iřlemi, ticari bir diř laboratuvarında retici firmanın nerileri dođrultusunda ve indksiyon akımı kullanan santrifjl bir dkm cihazında gerekleřtirilmiřtir.

Sabit protezler iin kullanılan bir malzemenin yzey przllđ klinik olarak nemlilik arz eder. Yzey przllđ bakteri adezyonunu, plak birikimini, boyanma dayanıklılıđını, biyouyumluluđu, ađız dokularının sađlıđını ve hastanın rahatını dođrudan veya dolaylı olarak etkilemektedir (41, 50, 56). Protetik restorasyonun daha az plak birikimi sađlayan ve daha przsz yzeylere sahip olması daima arzu edilmiřtir. Klinik arařtırmalar, przl yzeylerin dz yzeylerden daha ok bakteri tutmaya elveriřli olduđunu gstermektedir (41). Knoernschild ve Campbell (170), sabit protezin przl yzeylere sahip olmasının komřu gingival dokuda enflamasyon, cep derinliđi ve kemik rezorbsiyonunu arttırdıđını bildirmiřlerdir. Brgers ve arkadařları (63), yzey przllđnn plak birikiminde bařlıca etkili faktr olduđunu belirtip, dental malzeme yzeyinin mutlaka polisajlı olması gerektiđini belirtmiřlerdir. Eick ve arkadařları da (8), plak birikimi ve S. mutans kolonizasyonunu nlemek iin restoratif maddelerin daha dz yzeylere sahip olması gerektiđini belirtmiřlerdir. Yapılan arařtırmalarda, bařlangı bakteriyel adezyon iin ‘‘Ra’’ ile belirlenen yzey przllđnn primer olarak etkili olduđunu, buna karřın serbest yzey enerjisinin ise minimum olarak etkili olduđu belirtilmektedir (64, 65). Bu nedenle bakteriyel adezyon mekanizmasının anlařılması iin yzey topografisi en fazla zerinde durulan konu olmuř ve yapılan alıřmaların ortak sonucu olarak ađız ierisinde kullanılacak malzemelerin dřk yzey przllđne sahip olması gerektiđi belirtilmiřtir (58, 171, 172). Klinik ve

bakteriyolojik açıdan önemli etkilere sahip olmasından dolayı, çalışmamız kapsamında yüzey pürüzlülüğü ölçümleri gerçekleştirilmiştir.

Metal alaşımı kullanan çalışmaların bazılarında klinik durumu simüle etmek amacıyla örnek yüzeyi lastik frezler ile görsel olarak kabul edilebilir bir polisaj seviyesine ulaştırılmaktadır (31, 41, 74). Ancak elle yapılan polisaj tekniklerinde yüzey kalitesi açısından örnekler arası standardizasyon ve yüzeyde homojenliğe yakın pürüzlülük sonuçları sağlamak güçtür. Döküm işlemi sonrası frezler ile elde polisaj yapılması, düz olması gereken örnek yüzeyinde kavisli alanlar oluşturabilir. Örnek yüzeyinde oluşan dalgalanmalar yüzey alanını arttıracığı için, bakteri adezyonunda kullandığımız deney sisteminde yanıltıcı sonuçlara neden olabilir. Karahanlı tez çalışmasında (16) örnek yüzeylerinin pürüzlülüklerini standart hale getirmek ve bakteriyel adezyon deneyinde farklı pürüzlülük değerlerinden kaynaklanabilecek hataları ortadan kaldırmak amacıyla deney örneklerine otomatik polisaj makinesi kullanarak metalurjik polisaj uyguladığını belirtmiştir. S. mutans bakterisine adezyonu inceleyen Bürgers ve arkadaşları da (66) kompozit rezin disklerde homojen bir yüzey pürüzlülüğü elde etmek için otomatik polisaj makinesi kullanmışlardır. Huang ve arkadaşları (120), PVD yöntemiyle TiN kaplama uygulamadan önce saf titanyum yüzeylerin standart bir şekilde polisajlanabilmesi için otomatik polisaj makinesi kullanarak metalurjik polisaj uyguladıklarını belirtmişlerdir. Harlin ve arkadaşları (173), çelik malzeme yüzeyinde farklı grenli zımparalar ile yapılan aşındırma ve farklı polisaj solüsyonları ile yapılan parlatma işlemi sonrası, elmas polisaj solüsyonu ile parlatılan örneklerin en az yüzey pürüzlülüğüne sahip olduğunu belirtmişlerdir. Bu çalışmada birbirine benzer pürüzlülükte ve düz bir örnek yüzeyi elde etmek için, literatürde yer alan çalışmalarda uygulandığı gibi, otomatik polisaj makinesi kullanılarak metalurjik polisaj uygulanmıştır. İşlem sırasında örneklerin elle tutulmasından kaynaklanacak problemleri gidermek için otomatik polisaj makinesinin örnek tutucu ve sabitleyici parçasına uygun olarak, örnekler epoksi rezin kalıba gömülmüştür. Disk şeklindeki örneklerin üç boyutlu olarak tüm yüzeylerinde aynı standartta polisaj uygulanmasının zorluğu düşünülerek, örneğin sadece tek bir yüzeyinde standart polisaj işlemi uygulanmış ve tüm deneyler için bu yüzey kullanılmıştır.

Quiryne ve arkadaşları (50), Ra: 0.2 µm altındaki düşük pürüzlülük değerlerinin, plak birikimi ve bakteriyel adezyon üzerinde anlamlı bir etkisinin olmadığını ve bu şekildeki

düşük pürüzlülük değerlerinde malzemenin etkisinin daha ön planda olduğunu belirtmişlerdir. Yüzey pürüzlülüğünün bakteri adezyonu üzerindeki etkisini minimize ederek, malzemenin etkisini ön plana çıkarmak için bu çalışmada başlangıç yüzey pürüzlülüğü olarak mümkün olduğunca düşük değerler elde edilmeye çalışılmıştır. Bu amaçla çalışmamızda ince grenli (2000 gren) bir zımpara ile aşındırmaya ilave olarak, ince grenli (0,25 μm) bir elmas polisaj patı kullanılmıştır.

Yüzey kaplama işlemleri ile ilgili yapılan çalışmaların bir çoğu kaplama işlemi öncesi taban malzemenin yüzey pürüzlülüğünün, oluşan kaplamanın yüzey pürüzlülüğünü etkilediğini belirtmektedir (173, 174). Bu çalışmada polisaj işlemi tamamlanan örnekler gruplara ayrıldıktan sonra gruplar arasında pürüzlülüğün homojen olup olmadığı istatistiksel olarak kontrol edilmiştir. Böylece taban malzemesi pürüzlülüğünün, kaplama yüzeyi pürüzlülüğüne etkisinin gruplar arasında benzer olması sağlanarak, kaplama malzemesinin kendisine ait yüzey pürüzlülüğünün tespiti mümkün olmuştur. Ayrıca kaplama malzemelerinin yüzeye adezyonunu inceleyen çok sayıda çalışmada, çizik testi sonrası kritik yük değerleri üzerinde yüzey pürüzlülüğünün etkili olduğu, taban malzeme polisajının ve düz bir yüzey eldesinin kaplamanın yapışma kuvvetini arttırdığı ve kritik yük değerini yükselttiği belirtilmektedir (12, 96, 175). Valli (12), çizik testinde tekrarlanabilir sonuçlar elde edilebilmesi için taban malzeme pürüzlülüğünün $R_a: 0.25 \mu\text{m}$ 'yi aşmamasını önermişlerdir. Bizim çalışmamızda malzeme yüzeylerine uygulanan polisaj işlemi sayesinde kaplama gruplarının başlangıç yüzey pürüzlülük değerleri Valli'nin belirttiği $R_a: 0.25\mu\text{m}$ değerinin altında olacak şekilde elde edilebilmiştir. Ayrıca gruplar arası benzer yüzey pürüzlülüğü sağlandığından çizik testi verilerindeki farklılıkta yüzey pürüzlülüğünün etkisi devre dışı bırakılmış ve böylece malzemenin kendisine ait yapışma özelliği elde edilmeye çalışılmıştır.

Bir malzemenin yüzey pürüzlülüğünün belirlenmesinde, yüzeyin nitel (görsel veya SEM) veya nicel (profilometre veya AFM) incelemeleri kullanılabilir. Dental malzemeler üzerinde yapılan pek çok çalışmada yüzey pürüzlülüğünün profilometre ile değerlendirildiği görülmektedir (16, 40, 60). Bunun nedeni profilometre ile istatistiksel analize daha uygun olan nicel verilerin elde edilebilmesi, SEM ve AFM'ye göre daha geniş alanda ölçüm yapabilmesi ve böylece örneğin tamamına ait pürüzlülüğün daha iyi temsil edilebilmesi, kullanımı kolay ve ucuz olması, tekrarlanabilir ölçümler sağlaması

olarak gösterilmiştir (79). Bazı çalışmalarda profilometre ile elde edilen sayısal verilere ek olarak, pürüzlülüğü etkileyen yüzey topografisinin de görsel olarak incelendiği görülmektedir. Scarano ve arkadaşlarının çalışmasında (176) TiN kaplı olan ve olmayan titanyum implant yüzeylerinde, yüzey pürüzlülüğü sayısal olarak profilometre ile, görsel olarak ise SEM ile incelenmiştir. Çökük (40), farklı dental porselen malzemelerine S. mutans adezyonunu incelediği tez çalışmasında yüzey pürüzlülüğünü görsel olarak SEM, sayısal olarak profilometre ile değerlendirmiştir. Profilometre ile yapılan ölçümlerde örnek yüzeyinin daha iyi temsili için birden fazla tekrarlayan ölçümler yapılmaktadır. Bürgers ve arkadaşları (66) kompozit rezin disklerle S. mutans adezyonunu inceledikleri çalışmalarında, profilometre ile her örnek yüzeyinde üç farklı bölgeden yüzey pürüzlülüğü ölçümü gerçekleştirmişlerdir. Scarano ve arkadaşları da (176) profilometrik ölçümlerinde, her örnek yüzeyinden yapılan üç ölçümün aritmetik ortalamasını alarak örneğe ait ortalama Ra değerini hesaplamışlardır. Tek bir örnek yüzeyinde yapılan tekrarlayan ölçümlerde Karahanlı (16) beş farklı, Destan (74) dört farklı, Çökük (40) üç farklı ölçüm sonucuna göre örneğe ait ortalama Ra değerini hesaplamışlardır. Bu çalışmada ise her örnek yüzeyinden profilometre ile beş farklı ölçüm yapılarak her bir örneğin ortalama Ra değeri hesaplanmıştır. Ayrıca SEM fotoğrafları ile örnek yüzeylerinin görsel incelemesi yapılarak, benzer Ra değerlerine rağmen yüzey morfolojisindeki farklılıklar ve bazı kaplama malzemelerine özgü yüzey dokusu gözlemlenmiştir.

Bakteriyel plağın hem diş çürüğü hem de periodontal hastalıkta önemli bir etken olduğu belirtilmektedir. Diş veya restoratif malzeme üzerinde dental plağının oluşabilmesi için, öncelikle bu yüzeyleri örten pelikül üzerine plak bakterilerinin adezyonu gereklidir (39). Pelikül tabakasının bileşimi örtülediği yüzeyin özelliklerinden ve kimyasından etkilenmektedir. Protezlerin ağza yerleştirilmesini takiben birkaç saniye gibi kısa bir sürede yüzeyde pelikül tabakası oluşmaya başlar. Bir çok çalışma pelikül varlığında ve yokluğunda gerçekleşen bakteriyel adezyon miktarının farklılığından bahsetmektedir (16, 36). Ağız içi sert yüzeylerin çok kısa bir zamanda pelikül ile kaplandığı göz önüne alındığında, bakteriyel adezyonun daima pelikül yüzeyinde gerçekleştiği anlaşılmaktadır. Steinberg ve Eyal (177) restoratif malzemelerin yüzeyindeki bakteriyel adezyon miktarını inceledikleri çalışmalarında, yüzeyin pelikül ile kaplı olmasının önemli olduğunu belirtmişlerdir. Satou ve arkadaşları (54) tükürük içerisinde bekletmenin bakteriyel adezyon açısından klinik duruma daha yakın sonuçlar ürettiğini

ve ağızda kullanılan malzemeler üzerine bakteriyel adezyonun değerlendirildiği bir çalışmada pelikülün göz ardı edilmemesi gerektiğini vurgulamışlardır. Literatür tavsiyelerine dayanarak bu çalışmada bakteri adezyon deneyleri öncesi, deney örnekleri yüzeyinde pelikül tabakası oluşturulmuştur.

Pelikül tabakası *in vivo* veya *in vitro* şartlarda oluşturulabilir (16). Pelikül tabakasının *in vivo* olarak oluşturulması durumunda, oral kavitedeki diğer bakterilerin bu çalışmadaki deney sonuçlarını etkileyeceği düşünülmüş ve birçok çalışmada olduğu gibi (16, 31, 178, 179) pelikül tabakasının *in vitro* şartlar altında oluşturulmasına karar verilmiştir.

In vitro çalışmalarda pelikül tabakasını oluşturabilmek için doğal veya yapay tükürük kullanılmaktadır (16, 40, 59). Doğal tükürüğün tüm özelliklerini yapay olarak sağlayabilmenin mümkün olmadığı yapay tükürük kullanan araştırmacılar tarafından kabul edilmekle beraber, bu araştırmacılar protein içeriği ve bileşim yönünden tükürükteki kişisel farklılıkları ortadan kaldırmak için yapay tükürük kullandıklarını belirtmektedirler (40, 59). Doğal tükürük kullanan araştırmacılar ise birden fazla sayıda birey kullanımı ile kişisel farklılıkların ortadan kaldırılabileceğini belirtmişlerdir (16). Hannel ve arkadaşları (59) dental rezin polimerlere *in vitro* streptococcus adezyonunu inceledikleri çalışmalarında pelikül tabakası oluşturmak için aktif çürük lezyonu ve periodontal problemi olmayan 35 yaşındaki bir bireyden toplanan tükürüğü kullanmışlar ve 0.2 µm'lik enjektör filtresinden geçirerek steril etmişlerdir. Waters ve arkadaşları (180) beş adet gönüllü bireyden tükürük örneği toplamış ve steril etmek için yine 0.2 µm'lik enjektör filtresi kullanmışlardır. Busscher ve arkadaşları (55) tükürük kaplı ve kaplı olmayan cam örneklerde *S. mutans* adezyonunu inceledikleri çalışmalarında 10 bireyden toplanan uyarılmış tükürük örneğini kullanmışlardır. Karahanlı (16) farklı yüzey kaplamaları uygulanmış Ni-Cr alaşımına *S. mutans* adezyonunu incelediği tez çalışmasında, sistemik rahatsızlığı olmayan, 6 ay öncesine kadar antibiyotik kullanmamış, çürük ve periodontal problemi olmayan 7 sağlıklı bireyden 1 saat boyunca uyarılmış tükürüğü etrafı buz dolu bir kabın içerisine toplamış ve eşit miktarda karıştırarak 15 dakika santrifüj etmiştir. Oluşan supernatani deney gününe kadar -80 derecede saklamıştır. Nikawa ve arkadaşları (67) 5 sağlıklı donörden elde ettikleri uyarılmamış tükürüğü buz üzerine toplandıktan sonra eşit miktarda karıştırmışlar ve 15 dakika santrifüj sonrası elde edilen supernatani kullanımdan önce -25C'de saklamışlardır. Erdem tez çalışmasında (167) 3 ay öncesine kadar herhangi bir ilaç almamış, aktif

çürüğü ve periodontal hastalığı olmayan 1 donörden, yemek saatinden en az bir saat sonra, günün aynı saatinde ve 1 saat boyunca uyarılmamış tükürük toplamış ve otoklavda 121°C'de 15 dakika steril etmiştir. Bu çalışmada örnek yüzeylerinde pelikül tabakası oluşturmak için, literatürdeki birçok çalışmada olduğu gibi doğal tükürük kullanılmıştır (16, 31, 55, 59, 178, 179). Tek bir tükürük bezinden tükürük toplamak yerine, uygulanması daha kolay olduğu için ve tükürüğün tamamına ait özellikleri taşıdığı için total tükürük kullanımı tercih edilmiştir. Bireysel farklılıkları ortadan kaldırmak için 4 gönüllü birey kullanılmış ve literatürdeki diğer çalışmalardan farklı olarak, cinsiyet farklılığını da ortadan kaldırmak için bireylerin ikisi kadın, ikisi erkek olarak seçilmiştir. Karahanlı (16), Sipahi (31) ve Waters'ın (180) çalışmalarında olduğu gibi tükürük buz içerisindeki soğuk kaplar içerisinde toplanmıştır. Karahanlı (16) ve Nikawa'nın (67) çalışmalarında olduğu gibi 15 dakika santrifüj edilerek elde edilen supernatan kullanılmıştır. Tükürüğün sterilizasyonu için Hahnel (59) ve Waters'ın (180) çalışmalarında olduğu gibi 0.2 µm'lik enjektör filtresi kullanılmıştır. Yüksek ısıda proteinlerin denature olacağı düşünülerek, bazı çalışmalarda olduğu gibi (167) otoklav ile sterilizasyon yöntemi tercih edilmemiştir. Elde edilen steril tükürük örnekleri Sardin (181) ve Sipahi'nin (31) çalışmalarında olduğu gibi -20 °C'de deney gününe kadar saklanmıştır.

Benzer çalışmalarda örneklerin tükürük içerisinde bekletilme süresi 30 dakika ile 2 saat arasında çeşitlilik göstermektedir (67, 179). De Jong ve arkadaşları (182), pelikül tabakasının ağızdaki yüzeylere 2 saatlik sürede çökelen, hücre ve bakteri içermeyen organik bir tabaka olduğunu vurgulamışlardır. Pratt-Terpstra ve arkadaşlarına (178), göre pelikül tabakası tükürük proteinlerinin seçici emilimi ile 2 saatlik sürede doyuma ulaşmaktadır. Bu bilgiler doğrultusunda çalışmamızda, Sipahi (31) ve Karahanlı'nın (16) çalışmalarına da uygun bir şekilde örneklerin pelikül tabakası ile kaplanması için tükürük içerisinde 2 saatlik süre ile bekletilmeleri uygun bulunmuştur.

Kanlı agar besi yeri klinik mikrobiyoloji laboratuvarlarının temel besi yerlerindedir. Çünkü klinik önemi olan bakterilerin çoğu, bu besi yerinde iyi üreme gösterirler (16, 69). S. mutans bakterisinin dental malzemelere adezyonunu değerlendiren birçok çalışmada kanlı agar besi yeri, bakterinin üretilmesi (60, 183), test örneklerine adezyonun sağlanması (16) ve koloni sayımının gerçekleştirilmesi (16, 41) amacıyla kullanılmıştır. Bu çalışmada besi yeri olarak kanlı agar kullanılmış ve besi yerinin

kırmızı renginin, beyaz renkli olan streptokok kolonlerinin sayımında görsel olarak kolaylık sağladığı gözlemlenmiştir.

Montanaro ve arkadaşları (184), *S. mutans* bakterisi ve dental malzeme arasındaki başlangıç bakteriyel adezyon için statik koşullar altında 4 saat boyunca malzeme-bakteri teması sağlamışlardır. İnkübasyon periyodundan sonra yapışmayan bakterilerin uzaklaşması için örnekleri 5 ml steril serum fizyolojik ile 3 kez yıkamışlardır. Karahanlı (16) ve Çökük (40), *S. mutans* bakterisi kullandıkları in vitro çalışmalarında bakterilerin yüzeye adezyonu için statik koşullar altında 24 saat malzeme-bakteri teması sağlamışlardır. Eick ve arkadaşlarının (8) farklı restoratif malzemelere *S. mutans* adezyonunu in vitro olarak değerlendirdiği çalışmalarında statik besi yeri kültürlerinin maksimum 24 saat kullanım için uygun olduğu, bu sürenin sonunda bakteri enzim ve artıklarından dolayı besi yerindeki canlı bakteri sayısının azalacağı belirtilmiştir. Bu süre aynı zamanda ağız içerisinde erken plak oluşumunun tamamlanma süresidir. *S. mutans* bakterisi de erken plak oluşumunda rol alan primer kolonizerlerden biri olduğundan, bu çalışmada deney örneklerinin *S. mutans* bakterisiyle adezyonu için temasta bırakıldığı süre 24 saat olarak seçilmiştir. Süre sonunda yapışmayan serbest bakterilerin uzaklaştırılması için Montarano (184), Karahanlı (16) ve Çökük'ün (40) çalışmalarında olduğu gibi 15 ml serum fizyolojik ile örnek yüzeyi yıkanmıştır.

Sonikasyon metodu; ultrasonik enerjinin test örneğine uygulanarak oluşmuş olan bakteri ve biyofilm tabakasının yüzeyden uzaklaştırılması esasına dayanır. Deney örneğine sonik titreşim uygulamak için ultrasonik banyolar en sık kullanılan cihazlardır (70). Sonikasyon metodu dışında bakterilerin örnek yüzeyinden uzaklaştırılması için vortexleme, kimyasal madde kullanımı veya kazıma yöntemlerinin tek başına veya kombine olarak kullanılabilirdiği belirtilmektedir (16, 41, 47). Ancak bu yöntemler içerisinde sonikasyon metodunun malzeme yüzeyinden bakterilerin uzaklaştırılması için en etkili yol olduğu çeşitli yazarlarca belirtilmiştir (47, 70). Bjerkan ve arkadaşları (70), malzeme yüzeyine yapışan bakterileri elde etmek için en etkili yöntemi belirlemek amacıyla sonikasyon, kazıma, kazıma+vortex, kazıma+sonikasyon yöntemlerini, implantlarda kullanılan titanyum ve paslanmaz çelik diskler üzerinde, sekiz farklı mikroorganizma türü kullanarak test etmişlerdir. Çalışmadaki sonikasyon işleminde deney örneği, 5 ml serum fizyolojik içeren plastik tüpler içerisine yerleştirmiş ve ultrasonik banyo içinde 5 dakika sonik titreşim uygulanmıştır. Çalışmanın sonucunda

sadece sonikasyonun uygulandığı örneklerden elde edilen bakteri sayısının daha fazla olduğu, verilerin birbirine paralel ve tekrarlanabilir olduğu, diğer tekniklerden elde edilen verilerin daha tutarsız olduğu ve sonikasyonunun etkili ve güvenilir bir metot olduğu belirtilmiştir. Yine aynı araştırmacılar 20 dakikalık sonikasyon işleminin bakterilerin canlılığı üzerinde olumsuz bir etkisinin olmadığını bildirmişlerdir. Fazelia ve arkadaşları (185), dört farklı bakterinin metalik gümüş ile kaplı çeşitli üretal kateterler üzerindeki adezyon farklılıklarını inceledikleri çalışmalarında, örnek yüzeyine yapışan bakterilerin sıvı ortama geçebilmesi için örnekleri 2 ml serum fizyolojik içeren tüplerde 3 dakika ultrasonik titreşime tabi tutmuşlardır. Montanaro ve arkadaşları (184), farklı dental malzemeler üzerindeki *S. mutans* adezyonu farklılıklarını inceledikleri çalışmalarında örnek yüzeyine yapışan bakterilerin sıvıya geçmesi için her bir örneği 1 ml serum fizyolojik içeren cam tüp içerisine yerleştirmişler ve ultrasonik banyoda 6 dakika sonikasyon uygulamışlardır. Kobayashi ve arkadaşları (186), bakteriyel biyofilmin bakteri canlılığını etkilemeden yüzeyden uzaklaştırılması için ideal sonikasyon zamanının 1 ila 5 dakika olması gerektiğini tavsiye etmişlerdir. Deghani çalışmasında (187) 15 dakikalık ultrasonik banyo zamanının *Escherichia coli* bakterisi için %70 canlılıkta azalma meydana getirdiğini belirtmiştir. Bu çalışmada deney örneği yüzeyine yapışan bakterileri sıvı ortama aktarmak için, Kobayashi ve arkadaşlarının tavsiyesine uygun olarak, canlı bakteri sayısını etkilemeyen maksimum zaman olan 5 dakika boyunca sonik titreşim, ultrasonik banyo cihazı kullanılarak uygulanmıştır.

Ultrasonik banyo cihazlarında paslanmaz çelik banyo haznesinin tabanına yerleştirilen transduserler yardımıyla elektrik enerjisi ultrasonik enerjiye dönüştürülür. Bu enerji banyonun metal haznesi boyunca yayılarak, hazne içerisinde bulunan sıvıda titreşimler oluşturur. Sonik titreşim metal haznedeki sıvıya doğru yayılım gösterdiğinden en yüksek titreşim etkisi hazneye yakın bölgelerde görülmektedir. Ayrıca sıvı içerisine yerleştirilen her cisim titreşim enerjisinin bir kısmını absorbe etmektedir (188). Bu çalışmada ultrasonik banyonun çalışma prensibi gereği oluşan şartlar göz önüne alınarak sonikasyon etkisinin tüm örnek yüzeylerinde eşit olmasını sağlamak için her bir deney tüpü tek başına işleme tabi tutulmuş ve banyodaki lokalizasyonunun tüm deneyler için aynı olması sağlanmıştır.

Dental malzemeler üzerinde yapılan bakteriyel adezyon çalışmalarının bir çoğu, yüzeye yapışan canlı bakteri sayısını esas alırlar. Canlı ve ölü bakterilerin, ayrı olarak

sayılmasına izin veren floresan teknikleri kullanan arařtırmacılar bile deęerlendirmelerini canlı bakteriler üzerinden gerçekleřtirmişlerdir (40). Ölü bir bakterinin çoęalamayacağı ve hastalık etkeni olamayacağı düşünöldüğünde bu durumun normal olduęu düşünölebilir. Sonuçta esas olan malzeme yüzeyine yapışan canlı, yani hastalık yapma potansiyeli mevcut olan bakteri miktarının tespitidir. Koloni sayım yönteminin en büyük avantajının canlı bakteri sayısını net olarak vermesi olduęu belirtilmektedir (167). Antibakteriyel malzemelerde dâhil olmak üzere birçok çalışmada, örnek yüzeyine yapışan bakteri sayısı bu yöntemle belirlenmiştir (16, 167, 189). Fazelia ve arkadaşları (185) metalik gümüş ile kapladıkları üretal kateterler üzerinde *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis*, *Escherichia coli* ve *Pseudomonas aeruginosa* bakterilerinin adezyon miktarındaki farklılıkları, Agüloęlu tez çalışmasında (189) akrilik ve porselen yapıdaki farklı protetik malzemelerde streptokok ve candida adezyonu miktarını, Karahanlı tez çalışmasında (16) farklı kaplama malzemelerinin bakteri adezyonu üzerine etkilerini koloni sayım yöntemi kullanarak belirlemiştir. Noda ve arkadaşları (144) gümüş katkılı hidroksiapatit kaplamanın antibakteriyel etkisini arařtırdıkları çalışmalarında mikrodilüsyon ve koloni sayım yöntemini tercih etmişler ve oluşan kolonileri 48 saat sonra saymışlardır. Yamamoto ve arkadaşları (190) kompozit dolgu malzemesine antibakteriyel gümüş ilave ettikten sonra, üzerindeki *S. mutans* bakteri adezyonu farklılıklarını katı besi yerinde koloni sayımı yoluyla deęerlendirmişlerdir. Mikroskopik sayım, spektrofotometrik ölçümler gibi dięer sayım yöntemleri ile elde edilen veriler toplam hücre sayısının elde edilmesini sağlarlar. Üreme ve hastalık oluřturma potansiyeline sahip canlı hücreler, agarlı besi yerinde yapılan ekim sonucunda gözlenen kolonilerdir (189). Bizim çalışmamızda, özellikle Ag-camsı kaplama malzemesinin içerdiği gümüş iyonlarının oligodinamik etkisine baęlı olarak, örnek yüzeyindeki bakterilerin canlılığını yitirmelerinde rol oynayabileceęi düşünölmüş ve canlı hücreleri ölü hücrelerden etkilenmeden sayabilmek için, birçok arařtırmanın tercih ettięi (16, 144, 167, 189) gibi standart bir mikrobiyolojik sayım yöntemi olan koloni sayım yöntemi tercih edilmiştir.

Ağız ortamında metal alařımları çeřitli koroziv etkilerden etkilenebilmektedir. Koroziv etkilerden biri de mikrobiyal korozyondur. Oral kavite çok sayıda mikroorganizmanın bulunduęu kompleks bir elektrolitik ortamdır ve dental alařım yüzeyine yapışan bir mikroorganizma alařım yüzeyindeki mikrobiyal korozyonun temel nedenidir. Mikroorganizmaların organik ve inorganik asitleri içeren metabolik ürünleri, metalik

yüzeyde pH'ın düşmesine ve korozyona neden olur (191). Bu durum in vitro deney koşullarında da görülmektedir. Malzeme-bakteri teması sonrası malzeme yüzeyinde bakterilerin asidik ürünleri nedeniyle mikrobiyal korozyon gelişebilmekte ve buna bağlı olarak yüzey polisajı bozulabilmektedir. Xiao-Ting ve arkadaşları (192), titanyum ve alaşımları üzerinde yaptığı in vitro çalışmada *S. mutans* adezyonu gerçekleştirilen deney örneklerinde asit üretimine bağlı olarak yüzeyde korozyon oluştuğunu ve pürüzlülüğün (Ra değerinin) arttığını göstermişlerdir. Bizim çalışmamızda kaplama işlemi öncesi ve sonrası yüzey pürüzlülüğü ölçümleri gerçekleştirilerek hem grup içi hem de gruplar arası karşılaştırmalar yapılabilmiş olmasına rağmen, bakteri adezyon deneyi sadece kaplama işlemi sonrası yapılmış ve bu nedenle grup içi karşılaştırmalar yapılamamıştır. Kaplama işlemi öncesi bakteri adezyon deneyi uygulanmamasının nedeni, bakteri-malzeme temasının örnek yüzeylerinde oluşturacağı mikrobiyal korozyon neticesinde pürüzlülük artışına yol açarak, kaplama işlemi sonrasındaki ölçümleri etkileyebileceğini düşünmemizdir.

Gelişen teknolojik imkânların değerlendirilmesi yoluyla, medikal alanda yüzeyleri modifiye ederek bakteri adezyonunu önleyen stratejiler geliştirmenin bilimsel açıdan önemli bir konu olduğu belirtilmektedir (171). Destan tez çalışmasında (74) döküm alaşımlarından yapılan restorasyon yüzeylerinin, parlatma işlemi sonrasında bile mikrobiyolojik standartlara göre pürüzlü olduğunu ve günümüzde kullanılan polisaj sistemleri ile bu mikropürüzlülüğün giderilemeyeceğini belirtmiştir. Bu duruma çare olarak endüstride kullanılan yüzey işlem teknolojilerinden yararlanılması gerektiğini belirtmiş ve Ni-Cr dental alaşım yüzeyine nitrüleme uygulayarak daha pürüzsüz ve daha az bakteri tutan yüzeyler elde ettiklerini bildirmiştir. Hauert ve arkadaşları (89), ağız içerisine yerleştirilen protetik malzemenin etrafındaki biyolojik doku ile uzun dönem boyunca arzu edilen bir ilişki sağlamasında malzemenin yüzeyinin önemli olduğunu bildirmiş ve biyomedikal olarak kullanılan implantların yüzey kaplama işlemi sonrası yüzey reaksiyonlarının, aşınma ve korozyon gibi fonksiyonel özelliklerin belirgin şekilde değiştiğini belirtmişlerdir. Zurluni ve arkadaşları (116), yüzey özelliklerinin modifikasyonunda kaplama metotlarından yararlanmanın performansı arttırmak veya iyileştirmek için etkili bir metot olduğunu belirtmişlerdir. Mikroorganizmaların biyomalzeme yüzeyine bağlantı ve kümeleşme aşamasının önüne geçilmesi ve koruyucu çalışmaların yaygınlaşması giderek önem kazanan bir yaklaşım olmaktadır. Biyomalzeme kaynaklı enfeksiyonlarda bakteriyel adezyonun önemli bir

etken olduğu ve yüzey kaplamaları ile bakteri adezyonu azaltılarak biyouyumluluğun geliştirilebileceği belirtilmiştir. Biyomalzeme alanında yüzey kaplama uygulamalarını içeren çeşitli çalışmalar sonucunda, daha biyouyumlu (89-91, 94), daha biyoaktif, daha az korozyona uğrayan, daha düşük pürüzlülüğe sahip, daha az bakteri adezyonu sağlayan ve antibakteriyel etki gösteren yüzeyler elde edilebilmiştir (95, 143).

Dental malzemelerin yüzeyine uygulanabilecek muhtemel modifikasyon teknikleri açısından yüzey kaplama teknolojileri geniş bir spektruma sahiptir. Bu çalışmada tek bir çeşit kaplama yöntemi yerine üç farklı yöntem kullanılmıştır. Böylece farklı kaplama yöntemleri ile elde edilen kaplama malzemelerini ve özelliklerini bir arada değerlendirebilmek mümkün olmuştur. Kaplama yöntemi ve malzemeye bağlı özellikler farklılıklar arz etse de, bunlar ağız içi kullanıma aday malzemeler olarak değerlendirilmiş ve birbirleri ile karşılaştırılmışlardır. Yaptığımız literatür araştırmaları ışığında sabit protezlerde kullanımının uygun olacağını düşündüğümüz, güncel kullanım değeri olan, aynı zamanda ulaşılabilir ve uygulanması kolay olan kaplama yöntemleri ve malzemeleri tercih edilmeye çalışılmıştır. Bu kapsamda, literatürde bilinen ve endüstriyel alanda yaygın kullanıma sahip olan altın, TiN ve TiAlN kaplama malzemelerinin yanı sıra, formülasyonu yeni oluşturulmuş kaplama malzemelerine de yer verilmiştir. Çalışmamızın sınırları dahilinde elektrolitik, PVD ve sol jel kaplama yöntemleri kullanılmıştır. Diğer yüzey kaplama yöntemlerinden olan CVD yönteminde kaplama malzemesi kimyasal işleme maruz kaldığı ve yüksek ısı işlem (1000°C ve üstü) gerektirdiği için (84), ergimiş ve yarı ergiyik halde uygulanan kaplamalarda kaplama kalınlığı 50 µm üzerine çıkabildiği ve yine nisbeten yüksek sıcaklıklar (600°C ve üstü) gerektirdiği için (10) çalışmamızda kullanımı tercih edilmemiştir.

Hsu ve Yen (105), elektrolitik kaplama yönteminin, düşük sıcaklıklarda gerçekleşmesi, maliyetinin daha uygun olması, kaplama parametrelerinin kolay kontrolü nedeniyle vakum altında kaplama tekniklerine göre daha avantajlı olduğunu ve dental uygulamalar için oldukça kullanışlı olduğunu belirtmişlerdir. Çalışmamızda elektrolitik kaplama yöntemini tercih etmemizin temel nedeni, diş hekimliğinde bu amaca yönelik olarak üretilmiş ve pratik uygulanabilirliği olan bir cihaza sahip olmasıdır. Bu cihaz sayesinde 24 ayar saf altın (%99,8) homojen ve porözitesiz bir şekilde ayrıca mikrometre seviyesinde bir incelikte soy olmayan dental alaşım yüzeyine uygulanabilmektedir. Rudolf ve arkadaşları (102), elektrolitik altın kaplamanın sarı rengi sayesinde hareketli

bölümlü protezlerde kullanılan Co-Cr alaşımının metalik rengini baskıladığını ve daha estetik bir görünüm sağladığını belirtmişlerdir. Elektrolitik yolla biriktirilen altının tanecik boyutunun çok küçük olduğu ve kaplama tabakasının (140-180 HV) elektroforming ile biriktirilen altından (100 HV) daha sert olduğu belirtilmektedir (102).

Altın, atmosferik koşullar altında lekelenmeyen, korozyona uğramayan, kimyasal aşınmaya ve asit ataklarına dirençli olan, inert bir soy metaldir (87, 94). Korozyona olan direnci yüksek derecede biyoyumlu olmasını sağlamaktadır. Sarı rengi nedeniyle estetik olarak kabul edilebilir. Altının biyoyumlu ve bakteriyel adezyona dirençli bir malzeme olduğu ve enfeksiyon riskini azaltmak için iç kulak implantlarında kullanıldığı, paslanmaz çelik yüzeylere uygulanan altın kaplamanın ise kardiyovasküler stentlerde kullanıldığı belirtilmektedir (94).

Protetik diş tedavisinde altın, soy alaşımların ana bileşeni olarak kullanılmaktadır (14, 102). Diş hekimliğinde saf altın ve alaşımları üzerine yapılan pek çok çalışma, altının avantajlı yönlerini ortaya koymaktadır. App (193), Cavazos (194), Moffa ve arkadaşları (195) altının en az periodontal irritasyona neden olan dental materyal olduğunu bildirmişlerdir. Bessing ve Kallus (196) ile Zaimoğlu ve arkadaşları (160) altının ve cilalı porselenin, Valderhaugh ve arkadaşları (197) ise tip III altın alaşımından yapılmış sabit restorasyonların dişeti dokusu ve periodontal dokular tarafından oldukça iyi tolere edildiğini belirtmişlerdir. Nathanson ve arkadaşları (198), yüksek altın içeren bir alaşımın kron kenarlarında oluşturduğu gingival renklenmeyi ölçmüş ve altın renkli alaşımın doğal diş dokusuna en yakın rengi sağladığı, Empress ve Procera porselen sistemleri ile benzer bir renklenme oluşturduğu, soy olmayan döküm alaşımından ise çok daha iyi sonuçlar sergilediğini belirtmişlerdir.

Altının sahip olduğu avantajlar nedeniyle, elektrolitik kaplama yönteminin bir çeşidi olan elektro-şekillendirme yoluyla galvanoseramik kronlar üretilmiştir. Literatürde galvanoseramik kronlar daha iyi marjinal uyum, daha estetik görünüm ve yüksek biyoyumluluk nedeniyle önerilmekle beraber, bu kronların mekanik dayanımını inceleyen deneysel çalışmalarda metal seramik restorasyonlara göre bazı zayıf yönleri ortaya konulmuştur (99,101). Sönmez tez çalışmasında (99) metal destekli seramik restorasyonlara alternatif olarak gösterilen galvanoseramik kronlarda, elektrolitik yolla oluşturulan altın alt yapının çiğneme kuvvetleri karşısında esnemesine bağlı olarak porselende kırılmaların meydana geldiğini ve çiğneme kuvvetlerinin yoğun olduğu

posterior bölgede tek kron restorasyonları için galvanoseramik kron kullanımının riskli olduğunu bildirmiştir. Eroğlu tez çalışmasında (101), galvano üç üyeli köprülerin, kıymetsiz metal destekli seramik üç üyeli köprülere göre kırılma direncinin daha düşük olduğunu belirtmiştir. Dolayısıyla altının estetik ve biyouyumluluk avantajları nedeniyle önerilen galvanoseramik kronların günümüz şartları itibariyle, anterior bölgede ve kron restorasyonlarında kullanımı güvenli görülmekte, posterior bölgede ve köprü restorasyonlarında kullanımı ile ilgili olarak yeterli güvence verilememektedir. Metal seramik restorasyonlar ise hem anterior hem de posterior bölgede mekanik açıdan yeterli bir dayanıklılık seviyesinde uzun yıllar boyunca kullanılmaktadır. Metal seramik restorasyonda porselen üst yapı dışındaki metal yüzeylerinin elektrolitik yöntemle altın kaplanması, metal seramik restorasyonun mekanik avantajlarından vazgeçmeden, altının estetik ve biyolojik avantajlarından yararlanmak için bir alternatif oluşturabilir.

Shi ve arkadaşları (103), metal seramik kronların marjinal bölgelerindeki Ni-Cr alaşımı yüzeyine elektrolitik kaplama ile altın kaplama uygulamışlar ve bir yıl sonra Ni-Cr alaşımına komşu diş eti kenarlarında renklenme olurken, altın kaplı olanlarda renk değişimi olmadığını belirlemişlerdir. Çalışmanın sonucunda Ni-Cr alaşımının elektrolitik yolla altın kaplanmasının, alaşımın korozyonuna bağlı olarak gelişen diş eti renklenmesi probleminde çözüm olabileceğini belirtmişlerdir. Chen ve arkadaşları (199), altın kaplı Ni-Cr alaşımının korozyon direncinin kaplı olmayandan daha yüksek olduğunu belirtmişlerdir. McCormic (200), Ni-Cr alaşımı alt yapılı seramik kronun iç yüzeyinin ve marjinal kısımlarının altın ile kaplanarak hastanın nikel maruz kalmasının önlenebileceğini, bu durumun alerjik hastalarda yarar sağlayacağını, küçük bir miktar altın kullanıldığı için yöntemin ekonomik olduğunu, gülme hattı yüksek olan hastalarda estetiğin iyileştiğini ve ağızda metalik görünümün azaltıldığını belirtmiş ve bu tip restorasyonlar için 2009 yılında patent başvurusunda bulunmuştur.

Literatür araştırmalarımız sonucunda, altının bakteriyel adezyonu ve plak birikimini azalttığına dair çalışmalara rastlanmış olmasına rağmen (157, 161, 243, 244), elektrolitik yolla üretilen altın kaplamanın bakteri adezyonu üzerine etkilerini inceleyen herhangi bir çalışmaya rastlanamamıştır. Bizim çalışmamızda, literatürde altının sahip olduğu belirtilen avantajlara ek olarak, kaplama olarak uygulanması sonucunda yüzey pürüzlülüğünde ve bakteri adezyonunda ne gibi değişikliklere neden olduğu ve Ni-Cr alaşımına yapışma kuvvetinin ne düzeyde olduğu belirlenmeye çalışılmıştır. Bu amaçla

çalışmada dental uygulamalar için uygun olan sıcaklık aralığında ve arzu edilen kalınlıkta kaplama üretimine izin veren ve dental uygulamalar için üretilmiş bir elektrolitik kaplama cihazı kullanılarak Ni-Cr alaşımının yüzeyi altın tabakası ile kaplanmıştır. Kaplama işlemi öncesinde uygulanan temizlik prosedürü ve kaplama parametreleri üretici firma talimatlarına uygun olarak gerçekleştirilmiştir.

Bu çalışmada kullanılan diğer bir kaplama yöntemi olan PVD ile, genellikle yüksek sertlikte, biyouyumlu, aşınma ve korozyona dirençli aynı zamanda sürtünme katsayısını azaltan seramik kaplamalar üretilmektedir (111). Biyomedikal alanda ortopedik implant ve protezler ile cerrahi enstrümanlarda aşınmayı azaltmak için kullanılmakta olan PVD kaplamaların, çok sayıda avantajlı özelliği ve düşük işlem sıcaklığı nedeniyle diş hekimliğinde kullanılan malzemelere de uygulanabileceği bildirilmiştir (112). PVD kaplama çeşitleri içerisinde TiN kaplamalar ilk üretilen ve en yaygın uygulanan kaplama çeşididir (97). Paschoal ve arkadaşları (117) TiN kaplamaların sitotoksik olmadığını, dermal irritasyona veya akut sistemik toksisiteye neden olmadığını göstermiştir. TiN kaplama, ortopedik protezler (201) ve kalp kapakçıklarında (202) yüzey özelliklerini ve hemokompatibilitiyi geliştirmek için bir difüzyon bariyeri olarak kullanılmıştır. Dental alaşım yüzeyine uygulanan TiN kaplamanın ise yüzeyde mikroelektronik kısa devreyi önleyici bir difüzyon bariyeri oluşturma özelliği vardır (91). Manso ve arkadaşları (203), Ti6Al4V alaşımını yüzeyine biriktirilen TiN kaplamaların hücre adezyon ve proliferasyonunu arttırdığını ve TiO₂ yüzey ile benzer biyolojik sonuçlara sahip olduğunu bildirmişlerdir. Scarano ve arkadaşları (176), TiN kaplı implant etrafındaki iyileşme ile kaplı olmayanların benzer olduğunu tespit etmiş ve TiN kaplamanın estetik olan altın sarısı rengi nedeniyle implant uygulamalarında kullanılabileceğini belirtmişlerdir. Türkan ve arkadaşları (204), ortopedik implant materyali olan Co-Cr-Mo alaşımını TiN kaplamış ve simüle edilmiş vücut sıvısında ve insan kan plazmasında element salınımını incelemişler ve kaplama sayesinde element salınımının tamamen önlenebileceği belirtilmiştir.

Medikal alanda TiN kaplama aşınmayı azaltmak, sertliği arttırmak, korozyon direncini arttırmak, metaller ile biyolojik sıvıların etkileşimini azaltmak için kullanılmaktadır. Diş hekimliğinde TiN kaplamanın kullanımına yönelik olarak, Knotek ve Löffler (112) PVD yöntemi ile üretilen TiN kaplamanın düşük işlem sıcaklığı nedeniyle hareketli protezlerde kullanılan Co-Cr alaşım yüzeyine uygulanabildiğini, altın sarısı rengi

sayesinde estetik görünümüne sahip olduğu ve alaşımın korozyon direncini arttırdığı için dayanıklı ve ekonomik bir seçenek olarak uygulanabileceğini belirtmişlerdir. Rylska ve arkadaşları (205), TiN kaplamanın hem Ni-Cr hem de Co-Cr dental alaşım yüzeyinde metal iyon salınımını azalttığı ve korozyon direncini iyileştirdiğini belirtmişlerdir. Tek ve arkadaşları (113), manyetik alanda sıçratma kaplama sistemi ile dental Ni-Cr alaşımı yüzeyine TiN kaplamanın başarılı bir şekilde uygulanabildiğini, yüzey sertliğinin yaklaşık olarak 7.7 kat arttığını, yüzey pürüzlülüğünde değişim olmadığını, sürtünme katsayısını azalttığını ve aşınma direncini iyileştirdiğini belirtmişlerdir. Park ve arkadaşları (206), titanyum seramik bağlantısını iyileştirmek için titanyum yüzeyine TiN kaplama uygulamışlar ve TiN kaplama sayesinde yüzey pürüzlülüğünün azaldığını, buna karşın porselen bağlanma direncinin arttığını tespit etmişler ve TiN kaplamanın soy metal alaşımlara alternatif olarak titanyum yüzeyine uygulanabileceği belirtmişlerdir. Taira ve arkadaşları (207) dental manyetik ataşmanların yüzeyine korozyon direncini arttırmak için TiN kaplama uygulamışlar ve rezin simanla bağlantısını incelemişlerdir. Primer sistemlerle kombine kullanım sonucu TiN kaplamanın rezin simanla yeterli bağlantı sağladığını belirtmişlerdir. Huang ve arkadaşları (120) asidik yapay tükürük içerisinde TiN kaplı titanyum örneklerle korozyon testi uygulamış ve TiN kaplı örneklerin kaplı olmayanlara oranla korozyona 10 kat daha dayanıklı olduğunu belirtmişlerdir. Aynı araştırmacılar fibroblast hücre kültürlerinde yaptıkları adezyon deneyi sonrası TiN kaplamada saf titanyumdan 1.3 kez daha fazla hücre adezyonu belirlemişlerdir. Hu ve Chen (208) Ni-Cr alaşımının üzerine uygulanan PVD TiN kaplamanın, simüle edilmiş oral çevrede korozyon direncini arttırdığını bildirmişlerdir. Chien ve arkadaşları (90) nikel bazlı dental alaşıma uygulanan TiN kaplamaların yüzey pürüzlülüğünü azalttığını ve nikel bazlı alaşımı maskeleyerek insan gingival fibroblast hücreleri üzerinde biyouyumluluğu iyileştirdiğini ve sitotoksik olmadığını bildirmişlerdir. Ceschini ve arkadaşları (209) TiN kaplamanın Ti6Al4V alaşımının sürtünme ve aşınma direncini iyileştirdiğini belirtmişlerdir. Zou ve arkadaşları (210), sabit protezde kullanılan Co-Cr alaşımı yüzeyini TiN kaplamış ve *S. mutans* ve *Actinomyces viscosus* besi yerinde bekleterek mikrobiyal korozyonu incelemişler ve TiN kaplamanın bakteriyel korozyona daha dirençli olduğunu belirlemişlerdir. Karahanlı tez çalışmasında (16) TiN kaplamanın Ni-Cr alaşım yüzeyini örtülediğini ve bu sayede Ni-Cr alaşımından kaynaklanan olumsuz özelliklerin PVD kaplama ile giderilebileceğini ön gördüğünü belirtmiştir. Grossner-

Schreiber ve arkadaşları (11) polisajlı titanyum ve cam yüzeylere uyguladıkları TiN kaplamanın ağız içi kullanıma uygun olarak düşük yüzey pürüzlülüğü sergilediğini, fibroblast adezyonunu engellemeyerek biyouyumlu olduğunu ve implant abutment yüzeylerinde kullanılabileceğini bildirmişlerdir.

TiN kaplamalar ile ilgili çalışmalar genel olarak değerlendirildiğinde, dental kullanım açısından olumlu sonuçlara sahip olduğu görülmektedir. Bunun yanı sıra TiN kaplamanın altın sarısı rengi ile estetik olması, yüksek sertlik ve aşınma direncine sahip olması, korozyona dayanıklı olması, biyouyumluluğu ve ekonomik olması gibi ön plana çıkan olumlu özellikleri nedeniyle bu çalışmada kullanımı tercih edilmiştir. Bu çalışma kapsamında, birçok olumlu özelliği bilinen TiN kaplamanın, dental Ni-Cr alaşımı yüzeyine uygulandığında pürüzlülük ve bakteri adezyonunu ne oranda etkilediği ve alaşıma bağlanma kuvvetinin ne düzeyde olduğu incelenmiştir.

TiAlN, reaktif PVD metotları ile üretilen bir kaplama malzemesidir. Çelik ve sert metal alaşımları TiAlN ile kaplanınca aşınma direncinde belirgin bir artış gerçekleşmektedir (90). Bunun yanı sıra TiAlN'ün oksidasyon derecesi TiN'den daha yüksektir (211). Bu nedenle yüksek hızlı makine donanımlarında aşınmaya, korozyona ve yüksek sıcaklıklarda oksidasyona dayanıklı ince kaplamalar şeklinde ticari olarak uygulanmaktadır (212). Ma ve arkadaşlarının (213) TiN ve TiAlN kaplamaları karşılaştırdıkları çalışmalarında TiAlN'ün daha yüksek sertliğe sahip olduğu belirtilmiştir. Yoon ve arkadaşları da (214) benzer bir şekilde TiAlN kaplamanın TiN kaplamadan daha sert olduğunu, bunun yanı sıra daha kırılğan, abrazyon aşınmasının daha düşük ve sürtünme katsayısının daha yüksek olduğunu belirtmişlerdir. Ceschini ve arkadaşları (209) TiAlN kaplamanın Ti6Al4V alaşımının sürtünme ve aşınma direncini iyileştirdiğini bildirmişlerdir. Liu ve arkadaşları (168), TiAlN kaplamanın Ni-Cr bazlı dental alaşım yüzeyine başarılı bir şekilde uygulanabildiğini, korozyona direnci iyileştirdiğini ve uzun dönemli korozyon testleri sonrası daha düzgün bir yüzey morfolojisi sergilediğini belirtmişlerdir. Bu nedenle TiAlN filmlerin oral kavitede şiddetli korozyon hasara uğramadan uzun süre etkili bir biçimde kullanılabileceğini belirtmişlerdir. Chien ve arkadaşları (90), nikel bazlı dental alaşıma uygulanan TiAlN kaplamanın TiN kaplama gibi nikel bazlı alaşımı maskeleyerek insan gingival fibroblast hücreleri üzerinde biyouyumluluğu iyileştirdiğini ve sitotoksik olmadığını bildirmişlerdir. İlgili çalışmaya göre TiN ile TiAlN arasında biyouyumluluk yönünden

istatistiksel farklılık bulunmamıştır. Chung ve arkadaşları (91), TiAlN kaplı dental Ni-Cr alaşımını, kaplı olmayan alaşımdan daha biyouyumlu ve korozyona dirençli olarak bulmuşlardır. Yazarlar nisbeten düşük maliyeti nedeniyle TiAlN kaplamanın dental alaşım yüzeyine uygulanmasının biyouyumluluk açısından yararlı sonuçlar doğuracağını bildirmişlerdir. Chung ve arkadaşlarının başka bir çalışmasında (215), Ni-Cr alaşımı yüzeyine uygulanan TiAlN kaplamanın Ni-Cr alaşımından kaynaklanan istenmeyen bazı oksidasyon etkilerini bloke ettiği, porselen bağlantısı için kaplama yüzeyine yakın bir oksit tabakası sağladığı ve porselen metal bağlantı kuvvetini arttırdığı tespit edilmiştir. Ni-Cr alaşımına uygulanan TiN kaplamanın ise porselen bağlantısında başarısızlığa neden olduğu, bunun nedeninin iki kaplama arasındaki oksidasyon derecesi farkına bağlı olduğu belirtilmiştir. TiN kaplama daha düşük oksidasyon derecesine (550°C), TiAlN kaplama ise daha yüksek oksidasyon derecesine (800°C üzeri) sahip olduğu için porselenin pişirilmesi sırasında oluşan ısı etkisi ile TiAlN kaplamanın daha stabil pirokimyasal özellikler taşıdığı ve böylece bağlantı başarısızlığına yol açmadığı belirtilmektedir. TiAlN kaplama renk açısından estetik özellikler taşımasa da, TiN'den daha üstün fiziksel ve mekanik özelliklere sahip olduğu ve dental Ni-Cr alaşımında kullanımı önerildiği için bu çalışmada kullanılan PVD kaplama çeşitleri kapsamına dâhil edilmiştir. Yaptığımız literatür incelemesi sonucu TiAlN kaplama ile ilgili olarak şimdiye kadar yapılmış herhangi bir bakteriyel çalışmaya rastlanmamıştır. Bu nedenle çalışmamız, TiAlN kaplama malzemesi ile ilgili olarak yapılan ilk bakteriyel adezyon çalışması olma özelliği taşımaktadır.

PVD kaplamalarda daha etkili bir temizlik işlemi ve daha iyi yapışma gücü elde edebilmek için ultrasonik temizlemeye ek olarak vakum altında argon gazı bombardımanı ile oluşturulan sıçratma temizliği birçok çalışma tarafından önerilmektedir (91, 110, 214). Bu çalışmada daha iyi yapışma gücü elde etmek için literatür önerilerine uygun olarak PVD kaplama işlemlerinin her ikisi için de, örnek yüzeylerinde RF güç kaynağı yardımıyla sıçratma temizliği uygulanmıştır.

PVD kaplamalarda hedef-taban malzeme mesafesi kaplamanın yapı ve özelliklerini etkilemektedir. Bu mesafesinin az olması kaplama sertliğinde artışa neden olur ve üretilen kaplamalar daha pürüzsüz olur (84). Savaş tez çalışmasında (84) farklı hedef-taban malzeme mesafelerinin yapışmaya etkisini incelemiş ve kısa mesafenin (6 cm) daha iyi yapışma sağladığı sonucuna ulaşmıştır. Ni-Cr alaşım yüzeyine PVD kaplama

uygulayan Chung ve arkadaşları da (91), çalışmalarında hedef-taban malzeme mesafesini 6 cm olarak belirlemişlerdir. Bu çalışmada, Savaş ve Chung'un çalışmalarına uygun olarak taban malzemeler hedefin 6 cm uzağına yerleştirilmiştir.

Nitrür esaslı seramik kaplamaların oldukça yüksek sertlik değerlerine (yaklaşık 2000-4000 HV) sahip olması, taban malzeme ile kaplama arasındaki elastiklik katsayısı farkını arttırmakta ve elastik deformasyon şartlarında kaplama tabakasında mikro çatlaklara neden olarak kaplamanın başarısızlığına neden olabilmektedir. Kaplama tabakasından daha yumuşak ince bir ara tabaka kullanmak, kaplama-taban malzeme arasındaki ani sertlik değişimini önleyebilir ve ısıl genleşme katsayılarındaki farklılıktan kaynaklanan gerilmeleri azaltılabilir (84). PVD seramik kaplamalarda Al, Ti ve Cu gibi daha düşük elastiklik modülüne sahip malzemeler ile yapılan ara kaplamaların, kaplamanın taban malzemeye adezyonunun bir göstergesi olan L_c2 kritik yük değerini arttırdığı bildirilmiştir (91, 212, 216). Özellikle yapışmanın önemli olduğu frez ve kesici aletlerin çoğu için ara tabaka uygulaması gerçekleştirilmektedir (212). Kelly ve arkadaşları (216) çalışmalarında TiN kaplamanın yüzeye daha iyi bağlanması için 1,5 dakika boyunca saf titanyum ara kaplama tabakası uygulamışlardır. Castanhu ve arkadaşları (212) TiAlN kaplama üretiminde TiAl ara tabaka uygulamasının Cu ara tabaka uygulamasından daha iyi yapışma sağladığını belirtmişlerdir. Ni-Cr alaşım yüzeyine TiAlN kaplama uygulayan Chung ve arkadaşları da (91) TiAl ara tabaka uygulamışlardır. Bizim çalışmamızda taban malzeme-kaplama yapışmasını arttırmak için literatürde önerildiği şekilde Ti ve TiAl ara kaplama uygulamaları gerçekleştirilmiştir.

TiAlN kaplamada hedefin birleşimi kaplamanın bileşimini ve özelliklerini belirlemektedir. Ti-Al oranının %50-%50 olduğu hedeflerde, %72-%28 olanlara göre daha yüksek aşınma direncine sahip kaplamalar elde edildiği, ayrıca %60 Al içeriğinin maksimum sertliği sağlarken daha fazla Al içeriğinin sertliğin düşmesine neden olduğu belirtilmektedir (84). Bizim çalışmamızda, kaplamaların daha yüksek aşınma direncine sahip olması için Savaş (84) ve Yoon'un (214) çalışmalarında olduğu gibi atomik olarak %50Ti-%50Al içeren alaşım hedef kullanılmıştır.

Bu çalışma kapsamında kullanılan diğer bir kaplama yöntemi olan sol jel yönteminin en önemli avantajları diğer kaplama tekniklerine göre uygulamanın basit olması, fonksiyonel ve estetik özelliklerin uygun kimyasallar yardımıyla kolay bir şekilde modifiye edilebilmesi ve ekonomik olmasıdır (116). Sol jel yöntemi ile inorganik,

organik veya hibrit yapıda malzemeler sentezlenebilmekle beraber, kaplamanın aşınmaya karşı mekanik olarak dayanıklı ve sertliğinin yüksek olması arzu edildiğinde kaplama bileşimindeki inorganik yapı arttırılır. Çünkü kaplama malzemesindeki inorganik zincir yapısının aşınmaya karşı dayanıklılık sağladığı bilinmektedir (86). Bunun yanı sıra uçucu organik maddelerin insan sağlığına ve çevreye verdiği zararlardan dolayı, içerisinde organik yapıların olmadığı veya çok az oranda bulunduğu inorganik yapılu kaplamalar biyomedikal alanında daha fazla ilgi görmektedir (128). İnorganik yapıdaki camsı ve seramik kaplamaların yüksek abrazyon ve korozyon ortamında malzeme yüzeyini koruyabildiği, metal ve polimer yüzeylerinde fonksiyonel davranışları modifiye edebildiği gösterilmiştir (139). Bazı çalışmalarda paslanmaz çelik üzerine uygulanmış olan camsı kaplamaların korozyon direncini arttırdığı ve biyouyumluluğu iyileştirdiği belirtilmiştir (124). Bilindiği üzere cam, ana maddesi SiO_2 olan ve ağ yapısına katılan çeşitli metal oksitlerin karışımından oluşan amorf yapıda inorganik bir maddedir. Yüzey özellikleri açısından düşük pürüzlülüğe ve yüksek parlaklığa sahiptir ve kimyasal dayanıklılığı oldukça yüksektir (129). Bakteriyolojik çalışmaların birçoğu cam yüzeyine yapışan bakteri miktarının birçok restoratif malzemeden daha az olduğunu belirtmektedir. Busscher ve arkadaşları (55), negatif yüzey yüklü bakterilerin cam yüzeyine daha az yapıştığını, Li ve Logan'da (217) SiO_2 esaslı olan quartz partiküllerinin ve bakterilerin negatif yüklü olduğunu ve bu nedenle quartz ve bakterinin bir araya geldiğinde birbirlerini ittiklerini belirtmişlerdir. Bu bilgilere ek olarak dental porselen yüzeylerinin, camsı özellikler taşıyan glaze materyali ile örtülenmesi sonucu yüzey pürüzlülüğünün belirgin olarak azaldığı, kimyasallara karşı yüzeyin daha dirençli olduğu ve polisajlı Ni-Cr alaşım yüzeylerinden daha az bakteri adezyonuna yol açtığı belirtilmektedir (60). Camsı yapının literatürde belirtilen avantajları göz önüne alındığında Ni-Cr alaşımı yüzeyini camsı bir kaplama malzemesi ile örtülemek, yüzey pürüzlülüğü ve bakteri adezyonunu azaltmak için bir seçenek oluşturabilir. Bu amaca yönelik olarak inorganik metal oksitlerin ($\text{SiO}_2, \text{Na}_2\text{O}, \text{Li}_2\text{O}, \text{K}_2\text{O}, \text{MgO} \dots$ gibi) değişik oranlarda bir araya getirilerek ve yüksek erime sıcaklığına ihtiyaç duyulmadan camsı yapıya dönüştürülebildiği sol jel kaplama yöntemi (129) çalışmamız kapsamına dâhil edilmiştir.

SiO_2 camın ana bileşeni olduğundan, SiO_2 oranı yüksek olan kaplamalarda oluşan amorf camsı faz sayesinde bu kaplamalar daha fazla camsı özellik taşırlar (124, 136, 218). Kartal tez çalışması (86) sonucunda, sol jel tekniğiyle üretilmiş farklı içerikteki pek çok

kaplama türünde camsı yapının kaynağını oluşturan ve inorganik yapıyı temsil eden SiO_2 oranı arttıkça kaplamanın kimyasal maddelere direncinin arttığını belirlemiştir (86). Boztoprak ve arkadaşlarının (126) çalışmasında kullanılan sol jel kaplamada silisyum içeriği arttıkça kaplama sertliğinin ve dayanıklılığının arttığı bildirilmiştir. Peddi ve arkadaşları (136) sol jel kaplama çözeltisine ilave edilen camsı içeriklerin termal genişleme katsayısını metaller ile daha uyumlu hale getirdiği ve mikroçatlak oluşumunu azalttığını tespit etmişlerdir. Ochsenbein ve arkadaşları (219) titanyum implant yüzeyinde sol jel yöntemiyle farklı oksit kaplamalar (TiO_2 , SiO_2 , Nb_2O_5 , SiO_2 - TiO_2) oluşturmuşlar ve TiO_2 ve Nb_2O_5 kaplamanın nanopöröz yapıda iken, SiO_2 içeren kaplamaların por ve fissür içermeyen hemen hemen düz yüzey özelliği gösterdiğini bildirmişlerdir. Camsı içeriğin sağladığı yüksek kimyasal stabilite, korozyona direnç, sertlik, metal yüzeyler ile uyumlu bir birliktelik ve kaplamanın daha pürüzsüz olmasını sağlaması nedeniyle bu çalışmada kullanılan sol jel kaplamaların büyük bir kısmının SiO_2 'ten oluşan camsı bir içerik taşıması tercih edilmiştir.

Bu çalışmada sol jel yöntemi kullanılarak hazırlanan kaplamalar Kiraz ve arkadaşlarının çalışmasında tanımlanan Camsı ve Ag-camsı kaplamalardır. İlgili çalışmada Kiraz ve arkadaşları (95), sol jel metoduyla camsı kaplama üretimi için değişik oranlarda SiO_2 , Li_2O , K_2O , Na_2O ve MgO içeren 15 farklı kompozisyon denemişlerdir. Bunlardan 4 tanesinde kaplama solüsyonunun homojen olmadığını, 3 tanesinde kaplama işlemi öncesi solüsyonun jelleştiğini, 4 tanesinde kaplamada çatlakların bulunduğunu, 3 tanesinde ise kaplamanın taban malzemeye zayıf yapışma sergilediğini belirtmişlerdir. Sadece %85 SiO_2 -%10 Na_2O -%5 Li_2O içeren kompozisyonu, kaplama işlemine uygun, düzgün bir camsı görünüme sahip, yüzeyinde makroskobik çatlaklar içermeyen ve taban malzemeye iyi yapışan kaplamaların üretilebildiği optimum sistem olarak tanımlamışlardır. Bu nedenle çalışmamızda camsı kaplama grubu örneklerinin yüzeyine Kiraz ve arkadaşlarının önerdiği optimum içerik olan %85 SiO_2 -%10 Na_2O -%5 Li_2O yapısında kaplamalar uygulanmıştır. Kaplama çözeltisinin hazırlanması ve örnek yüzeylerinin temizliği ilgili çalışmada belirtildiği şekilde gerçekleştirilmiştir. Farklı olarak kaplama işleminde döndürme kaplama yöntemi değil, daldırma kaplama yöntemi kullanılmıştır. Çalışmamızda kullanılan örnekler düz bir yüzeye sahip olmasına ve döndürme kaplama yöntemi için uygun olmasına rağmen, sabit protezlerin karmaşık bir geometriye sahip olduğu göz önünde bulundurularak, klinik uygulama için en uygun yöntem olacağını düşündüğümüz daldırma kaplama yöntemi tercih edilmiştir. Sabit

protezlerde kullanılan titanyum ve Ag-Pd-Cu-Au alaşımı yüzeyinde sol jel slika kaplamalar uygulayan Yoshida ve arkadaşları (220, 221) her iki çalışmasında da daldırma kaplama yöntemini kullanmışlardır.

Bu çalışmada kullanılan Camsı ve Ag-camsı kaplamalar için Kiraz ve arkadaşlarının çalışmasında (95), kaplamalar asidik (ph-2) ve bazik ortamda (ph-12) bir saat kadar bekletilmiş ve yüzeyde bir değişim gözlenmediği belirtilmiştir. Bu nedenle yazarlar tarafından kaplamaların korozyona dirençli olduğu belirtilmiştir. Ayrıca hazırlanan kaplama çözeltilsinin, oluşacak kaplama kalitesini etkilemeyecek şekilde bir haftaya kadar bekletilebileceği rapor edilmiştir. Bu durum sistemin uygulanabilirliği açısından avantajlı görünmektedir. Sistem içerik olarak çok yeni olduğundan, çalışmamız bu içerikteki kaplamaların diş hekimliğinde uygulanmasına yönelik olarak yapılan ilk çalışmadır.

İmplant yüzeylerinin sol jel kaplamalar ile modifiye edilmesine yönelik birçok çalışma olmasına rağmen, sabit protezlerde kullanılan alaşım yüzeyinde sol jel kaplama uygulamalarına yönelik olarak sınırlı sayıda çalışma bulunmaktadır. Yoshida ve arkadaşları (220) Ag-Pd-Cu-Au içerikli dental alaşımı sol jel yöntemini kullanarak silika ile kaplamışlar, ancak ilgili alaşım yüzeyindeki oksit tabakasının yetersizliğinden dolayı sadece SiO₂ kullanarak yapılan kaplamanın yüzey üzerinden döküldüğünü belirlemişlerdir. İlgili alaşıma daha iyi yapışma sağlamak için titanyum iyon implantasyonu sonrasında SiO₂ kaplama uygulayarak yüzeye daha iyi yapışan bir kaplama tabakası elde ettiklerini belirtmişlerdir. Elde ettikleri SiO₂ kaplama sonrası yüzeyin ıslanabilirliğinin azaldığını ve bu nedenle yüzeyin daha az bakteri adezyonuna yol açabileceğini ve metal iyon salınımının azaldığını belirtmişlerdir. Yoshida ve arkadaşlarının başka bir çalışmasında (221) sabit protezler için uygulanan bir titanyum alaşımının yüzeyini yine SiO₂ ile kaplamış ve titanyum yüzey tabakasının oksitlenme açısından uygun olması nedeniyle SiO₂ ile daha güçlü bağ oluşturduğunu ve yine metal iyon salınımını azalttığını bildirmişlerdir. Surowska ve arkadaşları (218) sol jel yöntemi ile üretilen SiO₂-TiO₂ karışımı ve sadece SiO₂'ten oluşan kaplamaları sabit protetik uygulamalarda kullanılan titanyum-porselen ara yüzünde uygulamışlar ve SEM incelemesi sonucu her iki kaplamanın hem titanyum hem de porselen yüzeyine oldukça iyi bağlandığını belirtmişlerdir. Sadece SiO₂ içeren kaplamanın SiO₂-TiO₂ karışımından daha az yüzey pürüzlülüğüne sahip olduğunu ancak ısıl işlem etkisi ile kaplama

yüzeyinde çatlaklar oluştuğunu belirtmişlerdir. Aynı çalışmanın bir devamı olarak Bienias ve arkadaşları (222), bu kaplamaların ticari saf titanyum ve Ti6Al4V alaşımı ile porselen bağlantısına etkilerini araştırmış ve SiO₂-TiO₂ karışımının daha güçlü bağlanma sağladığını belirtmişlerdir. Xie ve arkadaşları (223) cam infiltre edilmiş alumina seramik yüzeyine uygulanan, Zang ve arkadaşları da (224) sinterlenmiş zirkonyum oksit yüzeyine uygulanan sol jel SiO₂ kaplamanın rezin siman bağlantısını arttırdığını belirtmişlerdir. Hu ve Zang (225) Ni-Cr alaşımının düşük pH değerinde kolaylıkla korozyona uğradığını belirterek alaşım yüzeyine sol jel yöntemiyle titanyum kaplama yapmışlar ve bu kaplamanın asitli ortamda (pH: 5.6) meydana gelen korozyonu azalttığını bildirmişlerdir.

Sol jel yöntemi ile hazırlanan kaplamaların kimyasal bileşimine bağlı olmakla beraber, genelde biyouyumlu olduklarını literatürde görmekteyiz (226). Hatta çeşitli içerikteki kaplamalar sayesinde, biyouyumluluğunu kanıtlanmış olan titanyum dental implant yüzeylerine uygulanan sol jel kaplamaların, yüzeyi daha biyouyumlu veya biyoaktif hale getirdiği ve aynı zamanda da korozyon direncini artırarak vücut içerisine metal iyonların salınımlarını azalttığı birçok çalışma ile gösterilmiştir. Ochsenbein ve arkadaşları (219) aralarında SiO₂'in de bulunduğu sol jel kaynaklı çeşitli oksit kaplamaların ince olmalarının yanı sıra fibroblast ve osteoblast kültürlerinde biyouyumlu davranış sergilediklerini bildirmişlerdir. İlgili çalışmada hücre canlılığı açısından SiO₂ kaplamalar saf titanyuma göre daha sitotoksik olmasına rağmen, biyomedikal implantlarda kullanılan 316L paslanmaz çelikten çok daha biyouyumlu olarak bulunmuştur. Fathi ve Mohammadi (124), SiO₂ içeren sol jel camsı kaplamalar sayesinde paslanmaz çelik implantların korozyon direnci ve biyouyumluluğunun iyileştiğini belirtmişlerdir. Bizim çalışmamızda kullanılan sol jel kaplamaların yapısında bulunan SiO₂-Na₂O bileşikleri klinikte kullandığımız feldspatik porselenin, Li₂O ise lityum disilikat içeren Empress II porselenin yapısında bulunmaktadır. Her iki seramik türü de klinik kullanım için güvenli bir biyouyumluluk sağlamaktadır. Çalışmamızda kullanılan sol jel kaplama malzemelerinin yeni üretilmiş olması nedeniyle biyouyumluluk testlerinin henüz yapılmamış olması, bu kaplamaların klinik kullanılabilirliği konusunda soru işareti ile yaklaşmayı gerektirmektedir. Kaplama içeriğindeki malzemelerin klinik olarak kullandığımız porselenlerde de bulunması nedeniyle bu kaplamaların biyolojik uyumluluk açısından problem oluşturmayacağını

ön görmekle beraber, ilgili kaplamaların biyoyumluluğunun in vitro ve in vivo şartlardaki ileri çalışmalarla mutlaka değerlendirilmesi gerektiği kanaatindeyiz.

Bakterilerle savaş geçmişten günümüze kadar araştırmacıların çözüm aradıkları ve gelecekte de çözüm aramaya devam edeceği temel problemlerinden biridir. Enfeksiyonları önlemek için ağız içerisinde tamamen steril bir ortam oluşturmak olanaksız veya gereksiz görünse de, bakteri sayısını azaltacak yada patojenik floranın artmasını engelleyecek önlemlerin alınması mümkün ve mantıklı görünmektedir. İdealde dental malzemenin patojen mikroorganizmaların erken dönemde adezyon ve proliferasyonunu önlemek ve buna bağlı patolojilere engel olmak için antimikrobiyal özellik sergilemesi arzu edilir (66). Knorr ve arkadaşları (37) ağız içerisinde patojenik bakteriyel floranın azaltılmasının bir yolunu bakteriyel birikime dirençli restorasyonların kullanılması olarak göstermiştir. Djokie ise (145) malzeme yüzeyinin antibakteriyel ürünler ile modifikasyonu yoluyla patojenik biyofilm tabakasının gelişimine engel olunabileceğini belirtmiştir.

Antibakteriyel kaplama veya malzeme uygulamaları üzerine yapılan birçok çalışmada gümüşün en fazla tercih edilen madde olduğu görülmektedir (95, 144, 145). Bunun nedeni olarak gümüşün güçlü ve geniş bir spektrumda antibakteriyel etkiye ve düşük toksisiteye sahip olması gösterilmiştir. İyonik gümüş pozitif yüklüdür ve negatif yüklü olan bakteri hücre duvarına bağlanabildiğine inanılır. Bakteri hücrelerine bağlanan gümüş bakteriye hasar verir veya fonksiyonunu değiştirir (143, 144). Malzemedeki serbestleşen gümüş iyonlarının antibakteriyel etkiye sahip olduğu ilk kez Acel tarafından tanımlanmış ve ardından yapılan birçok çalışma ile bu etki doğrulanmıştır (143-145). Djokie, iyonik formdaki gümüşün, metalik gümüşe göre çok daha etkin antibakteriyel etki gösterdiğini, metalik gümüşün ise ancak yüzeyde iyonize edici bir etki oluşturulduktan sonra antibakteriyel etki sergilediğini belirtmiştir (145).

Diş hekimliği alanında gümüşün oral kavitedeki streptokoklara ve periodontal patojenlere karşı etkisi belirlendiğinden beri, dental restorasyon materyallerine eklenmesi gündemdedir. Gümüş içeren cam iyonomer simanlar ve saf gümüş iyonları implante edilmiş SiO₂ doldurucu partiküller içeren rezin kompozitler antibakteriyel aktivite sergilemişlerdir (66). Ertuğrul ve arkadaşları (227) gümüş içeren cam iyonomer ve amalgam restorasyon yerleştirdikleri çocuklarda 40 gün sonra, dental plak ve tükürük içerisinde hem S. mutans hem de toplam bakteri sayısında azalma belirlemişlerdir.

Stipetic ve arkadaşları (228) paladyum-gümüş alaşımı restorasyon bulunan ve bulunmayan ağızlarda salya ve plak örneği olarak toplam aerobik mikrobiyal florayı değerlendirmişler ve bir veya iki paladyum-gümüş alaşımı restorasyonu bulunan ağızlarda daha az bakteriyel aktivite belirlemişlerdir. Nikawa ve arkadaşları (229) yumuşak astar materyali içerisine Ag iyonları içeren zeolit katkılamışlar ve antifungal etkisini değerlendirmişlerdir. Ag katkısı ile bakterilerin üremesinin ve asit üretiminin azaldığını belirterek antibakteriyel gümüş kullanımının dental plağı kontrol etmede faydalı olabileceğini belirtmişlerdir. Yoshida ve arkadaşları (230), yüksek konsantrasyonda gümüş içeren doldurucu eklenen rezin kompozitlerin *S. mutans* üzerinde yapışma karşıtı etkisi olduğunu bildirmiştir. Yamamoto ve arkadaşları da (190), dental kompozit dolgu malzemesindeki SiO₂ doldurucu partiküllere gümüş implante etmişler ve bu dolgu malzemelerin *S. mutans* bakteri adezyonuna etkilerini incelemişlerdir. Koloni sayımı yoluyla gerçekleştirdikleri deneylerinde gümüş katkılı kompozit dolgu maddesine yapışan bakteri sayısının belirgin olarak daha az olduğunu belirlemişlerdir. Araştırmacılar gümüş iyonlarının antibakteriyel etkisinden yararlanarak elde ettikleri dolgu maddelerinin sekonder çürükleri engellemede etkili olabileceğini belirtmişlerdir. Mevcut araştırmalarda *S. mutans* bakterisi üzerinde etkili olduğu görülen ve sekonder çürükleri engellemede etkili olabileceği öne sürülen gümüş iyonlarının kaplama uygulaması ile Ni-Cr alaşım yüzeyine uygulanması, çalışmamızın amacına uygun olarak daha az bakteri yapışan yüzeyler oluşturulmasına yardımcı olabilir. Bu nedenle çalışmamız kapsamına Ag-camsı kaplama dahil edilmiştir.

Medikal alanda gümüş ve onun komponentleri üriner kataterler, endotrakeal tüpler, kardiyak kapak protezleri gibi medikal ürünlerin kaplanması kullanılmaktadır. Malzeme yüzeyinin gümüş içeren bir ürün ile kaplanması mevcut kaplama yöntemlerinin çoğu (elektrolitik yöntem, PVD, CVD, sol jel..vs) ile gerçekleştirilebilir (145). Ancak camsı bir yapıya gümüş katkılanması yüksek kimyasal stabilite nedeniyle tercih edilmektedir. Pek çok çalışmada gümüş katkılanmış silika camlar, slika ince filmler, slika nanopartiküller gibi camsı yapıdaki malzemelerin mükemmel kimyasal stabilite ve yüksek bakterisidal özelliklerinden dolayı antibakteriyel malzemeler olarak kullanılabilirliği belirtilmektedir (143, 148). Gümüş katkılı camsı malzeme yapımı için pek çok teknik bulunsa da, özellikle sol jel metodu yüksek saflıkta kaplamalar üretmesi, düşük işlem sıcaklığına sahip olması ve en önemlisi değişik kompozisyonda camların yapımına izin vermesi nedeniyle diğer kaplama metotlarına göre daha avantajlı

görülmektedir (148). Bizim çalışmamızda gümüşün antibakteriyel özelliğinden yararlanabilmek amacıyla sol jel kaplama metodu kullanılarak sentezlenen camsı kaplama içerisine Kiraz ve arkadaşlarının çalışmasında (95) belirtildiği şekilde %3 gümüş ilavesi gerçekleştirilerek Ag-camsı kaplamalar elde edilmiştir.

Gümüş katkılanan camsı malzemelerin kimyasal olarak stabil ve uzun dönem boyunca gümüş salınımı yaptığı bildirilmiştir (148). Akhavan ve arkadaşları (143), gümüş katkılı oldukları sol jel SiO₂ kaplamanın asidik ortamdaki gümüş iyon salınımını elektrik akımı altında incelemişler ve ilk üç gün sonrası salınımın dengeye ulaşarak uzun süre devam ettiğini belirtmişlerdir. Araştırmacılar cam yapı içerisine gömülen gümüş iyonlarının uzamış etkiye sahip olduğu için biyomedikal uygulamalarda antibakteriyel amaçla kullanılabileceğini bildirmişlerdir. Noda ve arkadaşları da (144), gümüş katkılı hidroksiapatit kaplamanın ilk 24 saat fazla diğer günlerde değişmeyen düzeyde salınım yaptığını tespit etmiştir. Bakteriyel test sonuçları fosfat formundaki gümüşün, nitrat formundaki gümüşten daha yavaş salınım yaptığını ve etkisinin daha uzun sürdüğünü göstermiştir. Gümüş nitrat içeren kaplamaların daha az gümüş kullanımı ile daha güçlü bakterisit etki sağladığı, ancak gümüş fosfat içeren kaplamalara göre daha hızlı gümüş salınımı nedeniyle antibakteriyel etkinin daha erken tükenebileceği belirtilmiştir (95, 231). Ayrıca gümüş iyonlarının hızlı ve yüksek konsantrasyonda doku içine salınması hücrel mitokondriyal aktiviteyi bozmaktadır (109). Bu nedenle çalışmamızda daha yavaş salınım yapan ve etkisinin daha uzun süre devam ettiği belirtilen fosfat formundaki gümüş kullanılmıştır.

Mekanik kuvvetlere maruz kalan bölgeler için kaplamanın taban malzemeye adezyonu en önemli kaplama özelliklerinden biridir (232). Valli (12), çizik test sonuçları ile kaplamanın pratik performansı arasında direkt bir ilişki olduğunu belirtmiştir. Çizik testi kaplama adezyon çalışmaları için pratik uygulanabilirliği olan ve ince kaplamaların adezyonunda yaygın olarak kullanılan bir metot olarak tanımlanmıştır (12, 153). Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde çizik testinin çalışmamızda kullanılan üç farklı kaplama yöntemi için de uygulanmakta olduğu görülmektedir (84, 105, 116). Bu nedenle çalışmamızda kullanılan kaplama malzemelerinin alayım yüzeyine adezyonunu değerlendirmek amacıyla çizik testi kullanımı tercih edilmiştir.

Çizik testi için olması gereken uç çapı üzerinde çalışan araştırmacılar 0.2 mm' lik uç çapının farklı sertlik ve kalınlıklardaki kaplamalar için ortak olarak kullanılabilceğini

belirtmişlerdir (12). ASTM C16-2405 standardına göre çizik testinde 120 derecelik uç açısına ve 0,2 mm uç yarıçapına sahip konik şekilli elmas çizici uç kullanılır. Bizim çalışmamızda ASTM standartlarına uygun özellikler taşıyan bir cihaz ve birçok araştırmacının kullandığı işlem parametreleri tercih edilmiştir (84, 96, 119, 151).

5.2. BULGULARIN TARTIŞILMASI

Elektrolitik kaplamada oluşan metalin tanecik boyutunun küçük olmasının ve kullanılan kimyasal parlaticıların pürüzsüz ve parlak yüzeylerin elde edilmesine katkı sağladığı bilinmektedir (87). Elektrolitik kaplamanın bu genel özelliği sayesinde, iyi kontrol edilen banyo şartlarında yapılan kaplamaların yüzey pürüzlülüğünde azalma sağlayabileceği belirtilmektedir. Yen ve arkadaşları (233), elektrolitik kaplama yoluyla Co-Cr alaşımı yüzeyinde yüzey pürüzlülüğünün azaltılabileceğini bildirmişler ve kaplama sonrası yüzey pürüzlülüğünde %10 luk bir azalma tespit etmişlerdir. Wu ve Yen de (234), benzer olarak elektrolitik kaplama uygulaması sonrası yüzey pürüzlülüğünde azalma tespit ettiklerini belirtmişlerdir. Park ve arkadaşları (235), teflon ve elektrolitik saf altın kaplı abutment vidalarını, titanyum ve altın abutment vidaları ile yüzey pürüzlülüğü açısından değerlendirmişler ve SEM incelemelerinde elektrolitik saf altın kaplı vidaların diğerlerine göre daha pürüzsüz yüzey özelliği gösterdiğini ve vida yivlerinin keskinliğini kaybetmeden kaplanabildiğini bildirmişlerdir. Bu çalışmada uygulanan elektrolitik altın kaplama sonrası, altın kaplama grubunun ortalama yüzey pürüzlülüğü 0.0082 μm 'den, 0.0076 μm 'ye düşmüştür. Grup içi yapılan eşleştirilmiş-t testi sonucuna göre meydana gelen azalma istatistiksel olarak anlamlı bulunmuştur. Bu açıdan altın kaplama grubu için yüzey pürüzlülüğünde meydana gelen azalma açısından elde ettiğimiz sonuçların, elektrolitik kaplama yöntemini kullanan çeşitli araştırmacıların elde ettiği sonuçlara benzerlik gösterdiği görülmektedir. Gruplar arası karşılaştırmalarda altın kaplama grubunun yüzey pürüzlülüğünün, Ni-Cr kontrol grubuna göre istatistiksel olarak farklı bulunmaması, yüzey pürüzlülüğünde elde edilen azalmanın gruplar arası karşılaştırmalarda fark oluşturacak kadar büyük olmadığını göstermektedir.

PVD kaplama işlemi için yapılan çalışmalarda yüzey pürüzlülüğünün genel olarak taban malzeme yüzey pürüzlülüğüne bağımlı olduğu ve PVD kaplama işleminin genellikle pürüzlülükte belirgin bir değişim yaratmadığı belirtilmektedir. Tek ve arkadaşları (113), manyetik alanda sıçratma yöntemi ile Ni-Cr dental alaşım üzerine TiN kaplama

uygulamışlar ve gruplar arası karşılaştırmada TiN kaplamanın yüzey pürüzlülüğünde değişime neden olmadığını belirtmişlerdir. Grossner-Schreiber ve arkadaşları (236) polisajlı titanyum yüzeyine uygulanan TiN kaplamanın yüzey pürüzlülüğünü çok az arttırdığını belirlemiş ancak pürüzlülüğün benzer olduğunu kabul etmişlerdir. Grossner-Schreiber ve arkadaşlarının başka bir çalışmasında (11) polisajlı titanyum ve cam yüzeylere uyguladıkları TiN kaplamanın ağız içi kullanıma uygun olarak düşük yüzey pürüzlülüğü sergilediğini (Ra: 0,03-0,06) bildirilmiştir. Huang ve arkadaşları (120) metalürjik olarak polisajladıkları ticari saf titanyum alaşımının TiN kaplama öncesi yüzey pürüzlülüğünü 0.13 μm , kaplama sonrası yüzey pürüzlülüğünü ise 0.22 μm olarak ölçümlemişler ve meydana gelen artmanın önemsiz olduğunu belirtmişlerdir. Scarano ve arkadaşlarının çalışmasında (176) frezelenmiş titanyum yüzeyinde Ra değeri 0.81 μm iken frezelenmiş ve sonrasında TiN kaplanmış yüzeyde 0.85 μm bulunmuş ancak aradaki farkın istatistiksel olarak anlamsız olduğu ve TiN kaplamanın parlatılmış yüzeyin orijinal yapısında değişikliğe neden olmadığı belirtilmiştir. Aynı araştırmacılar kumlanmış titanyum yüzeyinde Ra değerini 2.15 μm , kumlama sonrası TiN kaplanmış yüzeyde Ra değerini 2.07 μm olarak bulmuş ve TiN kaplamanın pürüzlü yüzeye uygulanması sonrası yüzey pürüzlülüğünde bir azalma görülse de azalmanın istatistiksel olarak anlamlı olmadığını dolayısıyla TiN kaplamanın genel olarak yüzey pürüzlülüğünde bir değişime neden olmadığını vurgulamışlardır. Karahanlı'nın tez çalışmasında da (16) benzer sonuçlarla Ni-Cr alaşımı yüzeyine uyguladıkları TiN kaplamanın gruplar arası karşılaştırmada yüzey pürüzlülüğünde değişim oluşturmadığını tespit etmiştir. Mengel ve arkadaşları (237) TiN kaplı titanyum abutment yüzeylerinin kaplı olmayanlardan daha fazla yüzey pürüzlülüğüne sahip olduğunu belirtirken, sadece Chien ve arkadaşlarının çalışmasında (90) TiN kaplama uygulanmış Ni-Cr alaşım yüzeyi, polisajlı alaşım yüzeyinden daha az pürüzlü olarak bulunmuştur. Bizim çalışmamızda Ni-Cr alaşımı yüzeyine uygulanan TiN kaplama işlemi sonrası yüzey pürüzlülüğünde grup içi karşılaştırmalarda belirgin bir artış görülürken, meydana gelen artışın gruplar arası karşılaştırma için anlamlı bir farklılık oluşturmadığı tespit edildi.

TiAlN kaplamanın yüzey pürüzlülüğüne etkileri konusundaki çalışmalar oldukça sınırlıdır. Savaş tez çalışmasında (84) farklı parametrelerin etkisi ile TiAlN kaplamanın yüzey pürüzlülüğünde artış veya azalma olabileceğini belirtmiştir. Chien ve arkadaşlarının çalışmasında (90) Ni-Cr alaşımı yüzeyine uygulanan TiAlN kaplamanın

yüzeý pürüzlülüğünde azalmaya neden olduđu belirtilmiřtir. Kim ve arkadaşları (238), Ti6Al4V alařımı yüzeýine uyguladıkları TiN ve TiAlN kaplama sonrası yüzeý pürüzlülüğünde artış olduđunu, bu artışın TiAlN kaplamada daha fazla olduđunu tespit etmiřlerdir. Shin'ichi ve arkadaşları (239) TiAlN kaplamanın yüzeý pürüzlülüğünde azalma oluřturduđunu belirtmiřlerdir. alıřmalarda görüldüğü gibi TiAlN kaplamanın uygulama yöntemi ve parametre deęiřimlerine göre oluřturduđu yüzeý pürüzlülüğü deęiřim göstermektedir. Bu alıřmada TiAlN kaplama grubunda grup ii karřılařtırmalarda yüzeý pürüzlülüğünde artış belirlenmiřtir. Meydana gelen artış miktarı TiN kaplamadan daha az olmakla beraber gruplar arası karřılařtırmalarda aradaki fark anlamsız bulunmuřtur.

SEM görüntüleri incelendiğinde TiN kaplama ile TiAlN kaplamanın benzer yüzeý görünümüne sahip olduđu, her iki kaplamanın manyetik alanda sıçratma PVD tekniğı ile oluřturulan filmlerin sütunsal büyümesi sonucu görülen kabartılı bir yüzeý morfolojik yapısı gösterdiğı (90, 212, 239) ancak bu kabartıların profilometrik ölçüm sonuçlarında diđer gruplarla karřılařtırmada farklılık oluřturmadığı tespit edilmiřtir.

Ochsenbein ve arkadaşları (219), SiO₂ ieren kaplamaların por ve fissür iermeyen hemen hemen düz yüzeý özelliğı gösterdiğini ve SiO₂ ieren kaplamanın AFM'deki yüzeý pürüzlülüğünün saf titanyum ve 316L paslanmaz elikten daha az olduđunu göstermiřlerdir. Surpi ve arkadaşları (240) ile Surowska ve arkadaşları (218) SiO₂ ieriğinin yüzeý pürüzlülüğünü azalttıđını bildirmiřlerdir. Bařka bir alıřmada yine titanyum ve metal yüzeýlere uygulanan SiO₂ bazlı filmlerin düz yüzeýler oluřturduđu bildirilmiřtir (241). Zurluni ve arkadaşları (116) sol jel kaplama ierisindeki karıřık oksitlerin ısıtma sırasındaki buharlařma ve CO₂ salınımına bađlı olarak AFM görüntülerinde kratere benzer yüzeý görüntüleri tespit ettiklerini belirtmiřlerdir. Kiraz ve arkadaşları da (95) sol jel kaplamada uygulanan ısıl iřlem ve buna bađlı olarak meydana gelen buharlařmanın neden olduđu yüzeý defektlerine dikkat ekmiřtir. Bizim alıřmamızda sol jel kaplama uygulanan camsı ve Ag-camsı kaplama grubu örneklerinin her ikisine de ait yüzeý SEM görüntülerinde, literatürdeki diđer alıřmalarda belirtildiğı üzere buharlařmaya bađlı olarak oluřtuđunu düřündüğümüz yüzeý kabartıları gözlemlenmiřtir. Ancak grup ii karřılařtırmalarda camsı kaplamada fark bulunmaması bu kabartıların tüm örnekler iin homojen olmadıđının bir göstergesi olabilir. Bunun yanı sıra gruplar arası karřılařtırmalarda fark bulunmaması, meydana

gelen yeni yüzey dokusunun Ni-Cr alaşımı ve diğer kaplama gruplarına göre belirgin bir pürüzlülük yaratmadığını göstermektedir. Bu açıdan yüzey SEM görüntüsünde görülen kabartıların oldukça küçük ve önemsiz olduğu söylenebilir. Camsı ve Ag-camsı kaplama grubu görüntüleri karşılaştırıldığında ise iki görüntünün birbirine benzer olduğu ve %3'lük gümüş ilavesinin kaplama yüzey morfolojisinde belirgin bir değişime neden olmadığı söylenebilir.

Ortalama yüzey pürüzlülüğünün 0.2 μm 'den düşük olduğu yüzeyler, bakteri birikiminin az olduğu, klinik olarak parlak görünüme sahip bir yüzey olarak kabul edilmektedir (50, 77). Bu çalışmada kullanılan Ni-Cr alaşımı yüzeyinde oluşturulan tüm kaplama malzemelerinin oluşturduğu yüzey pürüzlülüğü değerlendirildiğinde, taban malzeme polisajına da bağlı olmakla beraber, Ra: 0.2 μm altında pürüzlülük değerlerini sağlayabildiği görülmektedir.

Literatürde altının oligodinamik etkisinin sonucu zayıf bir antibakteriyel etkiye sahip olduğu belirtilmektedir. Sierra ve arkadaşları (242), altın nanopartiküllerinin zayıf bir bakteriyosidal ve bakterisit özellik gösterdiğini belirtmişlerdir. Dental literatürde altın yüzeyine bakteri adezyonu ve plak birikimi ile ilgili çalışmaların çoğunda altınla ilgili olumlu sonuçlar vurgulanmaktadır. Zeytin tez çalışmasında (243) altın yüzeylerde oluşan plak birikiminin Co-Cr ve akrilik yüzeylerden daha az olduğunu belirtmiştir. Siegrist (244) altın yüzeyde mine, dentin, Co-Cr ve seramik yüzeyden daha az plak birikimi olduğunu belirtmiştir. Goodson ve arkadaşları (161), %88 oranında altın içeren ticari bir dental alaşımın ağızda dört yıl kullanımı sonrası üzerinde biriken dental plağı incelemiş ve buradan izole ettiği 40 adet bakterinin tamamı için altın alaşımına adezyon miktarının, ağızdaki diğer sağlıklı dişe adezyon miktarından anlamlı olarak daha az olduğunu tespit etmişlerdir. Dalkız ve arkadaşları (157), değişik malzemelerden yapılan sabit protezlerin plak indeksi, gingival index ve kanama indeksi üzerine etkilerini incelediği çalışmasında 22 ayar altın kronun ve kıymetli metal alaşım restorasyonun, Ni-Cr alaşımına göre anlamlı olarak daha az plak birikimine, daha az gingival enflamasyona ve daha az gingival kanamaya neden olduğunu bildirmişlerdir. Bizim çalışmamızda literatür verileriyle uyumlu olarak altın kaplama yüzeyinde Ni-Cr alaşım yüzeyinden daha az bakteri adezyonu olduğu tespit edilmiştir. Bunun yanı sıra altın kaplamanın TiN ve camsı kaplama çeşitlerinden de daha az bakteri adezyonuna yol açtığı tespit edilmiştir.

Scarano ve arkadaşları (176), TiN kaplı olan ve olmayan titanyum örnekleri 24 saat ağız içerisinde beklettikten sonra yüzeydeki bakteri adezyonunu incelemişler ve TiN kaplı yüzeylerde daha az bakteri yapıştığını belirtmişlerdir. Kaplı yüzeyler ile kaplı olmayan yüzeyler arasında yüzey pürüzlülüğü arasında fark olmamasına rağmen bakteri adezyonu arasında farklılık gözlemlediklerini belirten araştırmacılar farklılığın yüzey kimyasından ileri gelebileceğini belirtmişlerdir. Grossner-Schreiber ve arkadaşları (236), TiN kaplamanın polisajlı titanyum yüzeyine benzer yüzey pürüzlülüğe sahip olmasına rağmen in vitro olarak daha az *S. mutans* adezyonu sağladığını belirtmişlerdir. Araştırmacılar bu durumu hem yüzey kimyasındaki farklılıklara hem de yüzey pürüzlülük değerlerinin 0.2 µm ve altında olmasına bağlamışlardır. Grossner-Schreiber'in başka bir çalışmasında (245), TiN kaplamanın in vivo koşullar altında saf titanyum yüzeyinden daha az bakteri adezyonu sağladığını belirtmişlerdir. Zhen ve arkadaşları (246) TiN kaplı titanyum yüzeyine *Streptococcus*, *Actinomyces viscosus*, *Candida albicans* ve *Staphylococcus aureus* bakterilerin saf titanyum yüzeyinden daha az yapıştığını belirlemişlerdir. Aytutuldu tez çalışmasında (247) dental implantlarda kullanılan titanyum yüzeyinin TiN kaplama sonrası daha az plak birikimi sağladığını tespit etmiş ve bunun nedeni olarak TiN kaplama tabakası üzerindeki TiO₂ tabakasının, titanyum yüzeyindeki TiO₂ tabakasından daha ince olmasına bağlı olabileceğini belirtmiştir. Literatürdeki çalışmaların büyük bir kısmı titanyum üzerinde yapılmış ve TiN kaplamanın titanyumdan daha az bakteri adezyonu sağladığını ortaya koymuştur. Ancak Sardin ve arkadaşları (181) sekiz farklı streptokok türünün farklı dental malzemeler üzerindeki adezyonunu karşılaştırmışlar ve Ni-Cr alaşımı yüzeyinde saf titanyum ve Ti6Al4V alaşımına göre daha az bakteri adezyon miktarı belirlemişlerdir. Yani titanyum yüzeyinde bakteri adezyonunu azaltan bir malzeme, Ni-Cr alaşımında yetersiz kalabilir. Ni-Cr alaşımı yüzeyine uygulanan TiN kaplama ile ilgili olarak sadece iki adet bakteriyel çalışmaya rastlanmıştır. Ma ve arkadaşları (248) dental Ni-Ti ve Ni-Cr alaşım yüzeylerinde TiN kaplama sonrası hem *Candida albicans* hem de *S. mutans* adezyon miktarında azalma tespit ettiklerini belirtmişlerdir. Karahanlı'nın tez çalışmasında ise (16) Ni-Cr alaşımı yüzeyine uygulanan TiN kaplamanın *S. mutans* bakteri adezyon miktarını arttırdığı belirtilmiştir. Bizim çalışmamızda elde edilen bulgulara göre TiN kaplama grubu yüzeyine yapışan ortama canlı bakteri sayısı, Ni-Cr kontrol grubu yüzeyine yapışan ortalama canlı bakteri sayısından daha az bulunmuştur. Bu yönüyle elde ettiğimiz bulgular Ma ve arkadaşlarının çalışması ile uyumlu görünse

de, bizim çalışmamızda meydana gelen azalma istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır. Yani çalışmamızın istatistiksel sonucuna göre TiN kaplama işlemi Ni-Cr alaşımının bakteriyel adezyon miktarında bir değişime yol açmamıştır. Ancak literatürdeki diğer çalışmalardan elde edilen bilgilere göre TiN kaplamanın korozyona daha dirençli olması ve daha yüksek yüzey sertliğine sahip olması dış etkilere bağlı olarak pürüzlülüğü arttıran faktörlere karşı yüzeyin daha uzun süre korunmasını sağlayabilir. Bu durumda, başlangıçta benzer olan yüzey pürüzlülüğü ve bakteri adezyonu miktarı kullanım süresi arttıkça, TiN kaplamanın lehine olacak şekilde değişebilir. Bu ön görünün doğru olup olmadığını belirleyecek ileri çalışmalara ihtiyaç vardır.

TiAlN kaplama ile ilgili olarak herhangi bir bakteriyel çalışmaya rastlayamadığımızdan elde ettiğimiz sonuçlar bu çalışmanın kendi bulgularıyla tartışılmıştır. Bu çalışmada TiAlN kaplama grubu diğer gruplarla benzer yüzey pürüzlülüğüne sahip olmasına rağmen, kaplamanın yüzeyinde Ni-Cr kontrol, TiN ve camsı kaplama gruplarına kıyasla belirgin olarak daha az bakteri adezyonu gerçekleşmiştir. Altın ve TiAlN kaplama grubu arasında ise bakteri adezyonu açısından fark bulunamamıştır. TiAlN kaplamanın yüzey pürüzlülüğü dışında hangi özelliğinden dolayı daha az bakteri adezyonuna yol açtığı ile ilgili ileri çalışmalar gerekmele beraber, bunun nedenlerinden birinin TiAlN kaplama yüzeyinde oluştuğu belirtilen Al_2O_3 tabakası olabileceğini düşünmekteyiz (215, 249, 250). Rodrigues ve arkadaşları (251), Al_2O_3 içerikli yüzeyin TiO_2 içerikli yüzeyden daha az bakteri adezyonu sağladığını belirtmişler. Akça ve arkadaşlarının çalışmasında ise (60), Al_2O_3 içerikli in-ceram alt yapı materyali Ni-Cr alaşımından daha az S. mutans adezyonu sağlamıştır. Bu çalışmalar, TiAlN kaplamanın TiN kaplamadan ve Ni-Cr alaşımından daha az bakteri adezyonu sağlamanın bir açıklaması olabilir.

Rodrigues ve arkadaşları (251), SiO_2 içerikli cam yüzeyinin TiO_2 ve Al_2O_3 yüzeylerden daha az pürüzlü olduğunu ve Escherichia coli bakterisine adezyonun SiO_2 içeren yüzeyde TiO_2 ve Al_2O_3 yüzeyden daha az olduğunu belirtmiştir. Li ve Logan (217) cam yüzeyine metal oksit yüzeylerden daha az bakteri adezyonu olduğunu ve gram pozitif bakterinin negatif olanlardan cam yüzeyine daha az yapıştığını belirlemiştir. Hahnel ve arkadaşları ise (252) bakteriyel adezyon çalışmasında kontrol grubu olarak kullanılan camın, çeşitli seramik türlerinden (cam seramik, empress II, alumina, zirkonya) daha fazla bakteri adezyonuna yol açtığını, Rosentritt ve arkadaşları da (253) soy olmayan

Co-Cr dental alařım ve titanyum ile cam arasında *S. mutans* adezyonu aısından fark bulmamıřlardır. Bizim alıřmamızda sol jel yntemiyle oluřturduėumuz ve oėunluėu SiO_2 'ten oluřan camsı kaplama Ni-Cr kontrol grubundan istatistiksel olarak anlamlı derecede daha az *S. mutans* adezyonu saėlarken, TiN kaplama grubuna gre anlamlı bir farklılık meydana getirmemiřtir. Diėer kaplama gruplarına gre ise anlamlı olarak daha fazla *S. mutans* adezyonuna yol amıřtır.

Bu alıřmadaki tm deney grupları karřılařtırıldıėında en az bakteri adezyon miktarı Ag-camsı kaplama grubunda elde edilmiřtir. Literatrdeki diėer alıřmalar ile uyumlu olarak kaplama ierisine ilave edilen gmř iyonları sayesinde bakteriyel adezyon miktarı anlamlı derecede azalmıřtır. Ancak tam bir antibakteriyel etki ile yzeydeki bakterilerin tamamı yok edilememiřtir. Kiraz ve arkadařlarının (95) alıřmalarında ise %3 lk gmř fosfat ieren camsı kaplamanın besi yerindeki *Escherichia coli* ve *Staphylococcus aureus* bakterilerinin tamamını ldrmede yeterli olduėu belirtilmektedir. Bunun nedeni bakterisidal etki iin gerekli gmř iyonu yoėunluėunun bakteriden bakteriye farklılıklar gstermesi olabilir. Fazelia ve arkadařları (185) *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis*, *Escherichia coli* ve *Pseudomonas aeruginosa* bakterilerinin gmř kaplı retal kateterler zerindeki adezyon farklılıklarını inceledikleri alıřmalarında gmř iyonlarına karřı en az direnli bakterinin *Escherichia coli* olduėunu belirtmiřlerdir. Thibodeau ve arkadařları (254), enfekte dentine baėladıkları gmř bir telden dřk yoėunlukta doėru akım geirerek gmř iyonlarının enfekte dentine ulařmasını saėlamıřlar ve *S. mutans*, *Rothia dentocariosa*, *Actinomyces viscosus*, *Veillonella alcalescens* ve *Neisseria subflava* bakterileri zerindeki inhibitr etkisini deėerlendirmiřlerdir. İlgili alıřmanın bulgularına gre *S. mutans* inhibisyonu iin diėer bakterilerden daha fazla gmř iyonu konsantrasyonuna ihtiya duyulmuř ve az miktardaki gmř iyonunun *S. mutans*'ın remesini yavařlattıėı ancak tamamen durdurmadıėı, buna karřın gmř iyon konsantrasyonu arttırılarak *S. mutans* remesinin tamamen durdurulabileceėi gsterilmiřtir. Bu durumda bizim alıřmamızda kullanılan ve %3 gmř fosfat ieren Ag-camsı kaplamadaki gmř iyonu konsantrasyonunun *S. mutans* bakterisinin remesini tamamen inhibe etmek iin yeterli olmadıėı grlmektedir. Ancak bakteri adezyon miktarında diėer kaplama trleri ve Ni-Cr alařımına gre belirgin bir azalma saėlanmıřtır. Ayrıca pelikl varlıėında restoratif materyale katkılanan gmř iyonlarının bakteriler zerindeki etkisinin azaldıėı belirtmesine raėmen (229), bizim alıřmamızdaki Ag-camsı kaplama, bakteriyel

adezyondaki azaltıcı etkisini pelikül varlığında göstermiştir. Bu yönüyle Ag-camsı kaplama klinik açıdan plak birikimi ve buna bağlı patolojilerin önlenmesi adına yararlı görünmektedir. Daha yüksek gümüş miktarı içeren kaplama sistemleri geliştirilerek daha güçlü bakterisidal özelliklerin sağanabilmesi için ileri çalışmalar gerekmektedir.

S. mutans'ın mine ve restoratif malzemeler üzerine pelikül varlığında bakteriyel adezyonu inceleyen Shahal ve arkadaşları (255), pelikül varlığının test edilen malzemeler arasındaki potansiyel farklılıkları maskeleyen sonucunu benzer adezyon profilleri gözlemlendiğini bildirmişlerdir. Benzer bir anlatım ile Hannig ve arkadaşları (256), pelikül tabakasının malzemeler arasındaki yüzey özelliklerine bağlı farklılıkları maskelemekte olduğunu ifade etmişlerdir. Ancak pelikül kaplı yüzeylerde yapılan pek çok bakteri adezyon çalışması da, pelikül varlığında tüm yüzeylerin birbirlerine yakın yüzey enerjisi değerlerine ulaştığını (257) ancak bakteri tutunmasının orijinal yüzeyin enerjisinden ve malzemenin cinsinden etkilendiğini ve malzemenin etkisinin pelikül varlığında da devam ettiğini belirtmiştir (37). Çalışmamızda kullanılan birbirinden farklı beş kaplama malzemesi ve Ni-Cr alaşımından oluşan örneklerin tamamı pelikül ile kaplandığı halde bakteri adezyon miktarlarının farklı olması, pelikül varlığı sonrası bakteriyel adezyonda malzemenin etkisinin devam ettiğini gösteren çalışmaları destekler niteliktedir.

Quiryne ve Bollen (50), ortalama yüzey pürüzlülüğünün $0.2 \mu\text{m}$ 'nin altında olduğu yüzeylerde pürüzlülüğe bağlı olarak bakteri adezyonu ve plak birikim miktarında değişim gözlemediklerini belirtmişlerdir. Deney örneklerindeki yüzey pürüzlülük değeri $0,2 \mu\text{m}$ altında olan bir çok çalışma da pürüzlülüğe bağlı olmayacak şekilde bakteriyel adezyon miktarının değiştiğini vurgulayarak ilgili çalışmayı doğrulamıştır (41, 61, 63, 258). Çalışmamızda deney grupları arasında yüzey pürüzlülüğü açısından belirgin bir farklılık olmadığı halde bakteriyel adezyon miktarları arasında belirgin farklılıklar gözlemlenmiştir. Bu durum çalışmamızda kullandığımız örneklerin yüzey pürüzlülük değerlerinin Quiryne ve Bollen' in belirttiği eşik değerinin altında olması nedeniyle olabilir.

Valli yapmış olduğu derleme çalışmasında (12), bazı yazarların yüksek yükler altında kaplama ve taban malzemesi deforme olduğu halde, kaplama tabakasının taban malzemedan ayrılmadığını ve çizik testinde kritik yük değeri ölçülemediğini bildirdiklerinden bahsetmiştir. İlgili çalışmalarda bu durumun nisbeten yumuşak ve

kırılğan olmayan kaplama malzemesinin sünek davranışı neticesinde çizik yolu boyunca moleküller arası bağların kopmamasına bağlamışlardır (12). Coghill (153), yumuşak kaplamalara uygulanan çizik testinde oluşan plastik deformasyon neticesinde enerji absorpsiyonu oluştuğunu ve sert kaplamaların yumuşak kaplamalar kadar plastik deformasyona uğramadığını belirtmişlerdir. Çizik testinde yük uygulayan elmas çizme ucunun ön tarafında baskı, arka tarafında gerilme stresleri oluşur. Meydana gelen baskı ve gerilme stresleri kritik yük değerini aştığında ise kaplamada başarısızlık gerçekleşir (259). Teorik olarak metallerin yapısındaki metalik bağlar stres koşullarında yapı içinde kaymalara izin verirken, seramik yapısındaki iyonik ve kovalent bağlar daha karardır ve bu durum seramiklere daha kırılğan bir özellik kazandırır (260). Çalışmamızda kullanılan kaplama türlerinden sadece altın kaplama metalik bir malzeme olup, diğer kaplamalar seramik yapı özelliği taşımaktadır. Bunun yanı sıra başarılı bir elektrolitik kaplamanın güçlü bir yapışma sağladığı birçok çalışma tarafından bildirilmektedir (87). Zhang ve arkadaşları (261), elektrolitik yolla elde ettikleri krom kaplamada çok güçlü ara yüz bağlantısı elde ettiklerini ve bunu başarısızlığa uğratmak için çizik testinde uygulanan gerilmelerin yetersiz kalabileceğini belirtmişlerdir. Hsu ve Yen (105) dental Co-Cr alaşımı üzerine uyguladıkları elektrolitik kaplamada çizik testi sonrası taban malzeme deformasyonuna rağmen kaplamanın yüzeyden sıyrılmadığını ve bu nedenle elde ettikleri kaplamanın bağlanma kuvvetinin Co-Cr dental alaşımının bükülme stresinden (750MPa) daha büyük olduğunu ve bunun iyi yapışma anlamına geldiğini belirtmişlerdir. Yen ve arkadaşları (233) elektrolitik kaplama uyguladıkları Co-Cr alaşımında çizik testi sonrası izin hasar yolunun bittiği yerde hala kaplama malzemesi bulunduğunu ve bunun kaplamanın yüzeye iyi yapıştığının bir göstergesi olduğunu söylemişlerdir. Wu ve Yen'de (234) benzer bir şekilde elektrolitik kaplama ile Ti6Al4V üzerinde elde ettikleri kaplama tabakasının çizik testi sonrası uygulanan maksimum yükte bile yüzeyden sıyrılmadığını belirlemiş ve kaplamanın yüzeye oldukça kuvvetli bağlandığı için bu durumun meydana geldiğini belirtmişlerdir. Park ve arkadaşları (235) teflon ve elektrolitik altın kaplı abutment vidalarını sıkıştırma esnasındaki sıyrılmaya dayanımı açısından kıyaslamışlardır. Altının şekillenebilen ve sünek bir malzeme olduğunu vurgulayarak, yüksek sıkıştırma kuvveti altında vida yüzeyinden sıyrılmadığını belirtmişlerdir. Buna karşılık teflon kaplamanın kırılğan olduğunu ve küçük sıkıştırma kuvvetleri altında kolayca yüzeyden ayrıldığını belirtmiştir. Bu çalışmada gerçekleştirdiğimiz çizik testinde, cihazın uyguladığı 200 N değerindeki

maksimum kuvvet sonucu, kaplamanın taban malzeme ile olan bağlantısının zarar görmediği hem optik mikroskop hem de akustik emisyon sinyal grafiği verileri ile tespit edilmiştir. Ayrıca uygulanan kuvvet etkisi altında taban malzemenin deformasyona uğradığı SEM görüntüsü ile belirlenmiştir. Literatürdeki benzer çalışmalar incelendiğinde bu durumun altının yumuşak ve sünek bir metalik malzeme olması nedeniyle yük altında plastik deformasyona uğramasına ve elektrolitik kaplama yönteminin oldukça güçlü bir yapışma sağlanmasına bağlı olarak gerçekleştiği görülmektedir (105, 153, 261). Çalışmamızın sınırları dâhilinde elde edilen bu sonuç neticesinde ağız içerisinde mekanik olarak oluşabilecek sıyrıcı kuvvetlere karşı altın kaplamanın, kullandığımız diğer kaplama türlerine göre daha dayanıklı olduğu ve kaplamanın taban malzemesine diğer kaplama türlerine göre daha kuvvetli yapıştığı görülmektedir. Ancak sadece bu verilere dayanarak altın kaplamanın ağız içerisinde diğer kaplama türlerine göre daha uzun süre hizmet vereceği söylenemez. Çünkü altının yumuşak bir kaplama malzemesi olması nedeniyle zaman içerisinde gerçekleşecek sürtünmesel kuvvetler ve aşınmaya bağlı olarak meydana gelen madde kayıpları neticesinde kaplamanın yüzeyden tükenerek yok olması söz konusu olabilir. Ayrıca dinamik bir çevre olan ağız ortamındaki yaşlandırıcı etkiler kaplamanın ömrünü etkileyebilir. Altın kaplama ve bu çalışmada kullanılan diğer kaplama türlerinin ağız içi kullanım şartlarında ne kadar süre hizmet verebileceği ile ilgili olarak simüle edilmiş ortamlarda ileri çalışmaların gerçekleştirilmesi gerekmektedir.

Valli (12), kaplamaların adezyon test metotları ile ilgili derleme çalışmasında çizik test sonuçlarının deney koşulları ve kaplama-taban malzemesi özellikleri tarafından etkilendiğini ve genellikle %10-20 arası standart sapma gösterdiğini ve farklı kaplamaların adezyonu karşılaştırılırken bu durumun göz önüne alınması gerektiğini belirtmişlerdir. Titanyum yüzeyine uygulanan sol jel esaslı hidroksiapatit kaplama için kritik yük değerini Im ve arkadaşları (262) 2-5 N, Blind ve arkadaşları (263) 5-6 N olarak belirtirken, Rabei ve arkadaşları (264) vakumla biriktirme tekniklerinden biri ile uyguladıkları hidroksiapatit kaplamanın çizik testi sonucu kritik yük değerini 30 N civarında elde ettiklerini belirtmişlerdir. Bu durum kaplama malzemesi aynı olsa bile vakumla biriktirme tekniklerinin sol jel tekniğinden daha üstün yapışma özelliği sergilediğini göstermektedir. Bu çalışmadaki çizik test sonuçları incelendiğinde de benzer bir şekilde sol jel kaplama ile elde ettiğimiz kaplamaların, vakumla biriktirme

tekniklerinden biri olan PVD kaplama yöntemi ile elde ettiğimiz kaplamalardan belirgin olarak daha düşük kritik yük değerine sahip oldukları görülmüştür.

TiN ve TiAlN kaplama yüksek sertlikleri, düşük sürtünme katsayıları ve taban malzemesine yüksek yapışma sağlaması nedeniyle metal malzemelerin işlenmesi amacıyla freze cihazlarında ve matkap uçlarında kullanılan çelik frezlerin yüzeyinde popüler bir kullanıma sahiptir (84). Matkap uçları için kullanılan çelik malzemeye uygulanan kaplamaları test eden Stallard ve arkadaşları (265) TiN kaplamada kaplamanın adeziv başarısızlığını temsil eden kritik yükü 68 N olarak belirlemişlerdir. Paldey ve Deevi (266) TiN kaplama için kritik yük değerini 78 N, TiAlN kaplama için kritik yük değerlerini 87-97 N aralığında tespit etmişlerdir. Derflinger ve arkadaşları (267) farklı içerik ve parametrelerde uyguladığı TiAlN kaplamalarda kritik yük değerinin 70-150 N aralığında olduğunu bildirmiştir. TiN ve TiAlN kaplamaların çelik malzemeye yapışma kuvvetini ölçmek için kullanılan çizik testi çalışmalarında genel olarak incelendiğinde 55-150 N Lc2 kritik yük değerleri elde edildiği ve bu değerlerin iyi yapışma olarak nitelendirildiği görülmektedir (84). Bu çalışmada elde edilen verilere göre TiN kaplamanın alaşıma ortalama yapışma kuvveti 79 N, TiAlN kaplamanın ortalama yapışma kuvveti 116 N olarak ölçülmüştür. Bu değerler uyguladığımız kaplamaların Ni-Cr alaşımına yapışma kuvvetinin, yüksek sürtünmesel etki altında kalan çelik frezler üzerine uygulanan kaplamalar kadar iyi yapışma sağladığını göstermektedir.

Kim ve arkadaşları (238), Ti6Al4V alaşımı yüzeyine uyguladıkları TiN ve TiAlN kaplama sonrası, TiAlN kaplamanın aşınmaya karşı aynı kalınlıktaki TiN kaplamadan daha dayanıklı olduğunu belirtmişlerdir. Shin'ichi ve arkadaşları da (239) aşınma ve sıyrılmaya karşı TiAlN kaplamanın TiN kaplamadan daha dayanıklı olduğunu belirtmiştir. Münz çalışmasında (211), Ni-Cr-Mo alaşımlı frezler üzerine uygulanan TiAlN kaplamanın sürtünmesel aşınmaya karşı TiN kaplamadan 3 kat daha uzun süre dayandığını belirtmiştir. Literatürle uyumlu olarak bu çalışma sonucuna göre de TiAlN kaplama, TiN kaplamaya göre istatistiksel olarak anlamlı derecede daha iyi yapışma sağlamıştır. Bu durumda ağız içinde meydana gelebilecek mekanik olarak zorlayıcı koşullar altında sıyrılmaya karşı TiAlN kaplamanın, TiN kaplamadan daha dayanıklı olacağı öngörülebilir.

Bu çalışmada kullanılan kaplama türleri arasında Ni-Cr alaşımına en zayıf bağlanma kuvveti sol jel kaplama işlemi ile üretilen camı ve Ag-camı kaplama gruplarında elde edilmiştir. Çizik testi sonucuna göre camı kaplama grubunda ortalama yapışma kuvveti 28 N, Ag-camı kaplama grubunda ise 21 N olarak belirlenmiştir. Ortalamalar değerlendirildiğinde camı kaplama içerisine eklenen gümüşün, kaplamanın alaşıma yapışma kuvvetinde azalmaya neden olduğu görülse de, meydana gelen azalma istatistiksel olarak anlamlı bulunmamıştır. Bu durumda %3'lük gümüş ilavesinin kaplamanın yapışma kuvvetini etkilemeden güvenle kullanılacağı söylenebilir. Camı ve Ag-camı kaplamalar içerik olarak yeni olduğundan hakkında yapılmış bir çizik testi sonucu bulunmamaktadır. Ancak dental implant yüzeyine uygulanan silisyum bazlı biyoaktif bir camı kaplama için uyguladıkları çizik testinde Bharati ve arkadaşları (268), 21-32 N arası kritik yük değerleri belirlemişlerdir. Bizim çalışmamızda elde edilen kritik yük değerleri Bharati ve arkadaşlarının çalışması ile uyumlu görünmektedir.

Ağız içi koşullarda kullanılacak bir kaplama malzemesinin sahip olması gereken kritik yapışma kuvvetini değerlendiren herhangi bir çalışmaya rastlanmamıştır. Ancak Grossner-Schreiber ve arkadaşları (236) titanyum dental implant abutmentlerinin yüzeyine uygulanabilecek TiN ve ZrN kaplamanın özelliklerinden bahsederken her iki kaplamanın da 50 N ve üzeri kritik yük değerine sahip olduklarını ve bunun iyi bir yapışma olduğunu belirtmişlerdir. Bunun dışında ağız içi implant materyali olan Ti6Al4V üzerine uygulanan CrN kaplama için Park ve arkadaşlarının yaptığı iki çalışmada (269, 270) 18 ve 32 N' luk kritik yük değerleri belirlenmiştir. Bharati ve arkadaşları (268), dental implant yüzeyine uygulanan silisyum bazlı kaplama için uyguladıkları çizik testinde 21-32 N arası kritik yük değerleri belirlemişlerdir. İlgili çalışmalar dikkate alındığında bizim çalışmamızda kullanılan tüm kaplama türlerinin ağız içi kullanıma yeterli seviyede yapışma kuvveti sağladığı öngörülmekle beraber, ağız içi koşulların simüle edildiği ileri çalışmalar gerekmektedir.

Korozyona dirençli olması ve taban malzeme özelliklerini maskeleymesi beklenen bir kaplamanın sağlaması gereken en önemli özelliklerden biri kaplama tabakasının yüzey üzerinde bütünlüğünü ve devamlılığını koruyabilmesidir (105). Kaplama tabakalarına ait kesit SEM görüntüleri incelendiğinde tüm kaplama gruplarında kaplama tabakasının bütünlüğünü bozacak herhangi bir çatlama veya kırılma varlığına rastlanmaması ve

kaplamanın porözite içermemesi, kaplama tabakasının taban malzeme yüzeyini sıkıca örtülediğinin ve taban malzemeyi koroziv etkilerden koruyabileceğinin bir göstergesidir. Bu özelliği nedeniyle incelediğimiz kaplama malzemeleri Ni-Cr alaşımını korozyondan korumak ve biyolojik dezavantajlarına bağlı problemleri gidermek için bir alternatif oluşturabilir.

Kaplama kalınlığının artması kaplamanın aşınmaya direncini bir ölçüde arttırmaktadır ve genellikle yüksek korozyon ve aşınma direncinin gerekli olduğu durumlarda tercih edilir. Rudolf ve arkadaşları (102) dental alaşım yüzeyine uygulanacak elektrolitik altın kaplama ile ilgili olarak 0.1-0.2 μm incelikte kaplamaların aşınmaya dayanıksız olduğunu, 5 μm ve üstü kalınlıkların ağız içerisinde aşınmaya karşı dayanıklı olacağı belirtmiştir. Bu bilgiye dayanarak bizim çalışmamızda elde edilen altın kaplama kalınlığının aşınmaya dayanım açısından uygun olduğu söylenebilir.

Chung ve arkadaşları (91) dental Ni-Cr alaşımı yüzeyine uygulanan yaklaşık 2 μm kalınlığındaki TiAlN kaplamanın alaşımı korozyon ataklarından korumada yeterli olduğunu belirtmiştir. Ceschini ve arkadaşları (209) TiN ve TiAlN kaplamaların 3.5-4 μm , Yoon ve arkadaşları (214) her ikisi için 2 μm civarında, Huang ve arkadaşları (120) TiN kaplama için 2 μm kalınlık ölçümü yapmışlardır. PVD kaplamalarda 5 μm üzerindeki kalınlıkların koheziv başarısızlık nedeni olduğu belirtilmektedir (97). Bu çalışmada uygulanan PVD kaplamaların her ikisi de yaklaşık olarak 2,5 μm civarındadır ve bu değerler PVD kaplamalar için ideal kaplama kalınlığı olarak belirtilen 1-5 μm aralığındadır.

Bu çalışmada sol jel yöntemi ile üretilen iki kaplama tabakasından camsı kaplama grubunun daha ince, Ag-camsı kaplama grubunun daha kalın olduğu belirlendi. Bu durum solüsyona eklenen gümüş iyonlarına bağlı olarak solüsyonun vizkozitesinde meydana gelen artış nedeniyle olmuş olabilir.

5.3. ÇALIŞMANIN SINIRLAMALARI VE SONUÇLAR

Çalışmamızın sınırlamalarından biri; ağız ortamında bulunan birçok bakteri ve bunların birbirleri ile etkileşimleri göz ardı edilerek tek bir bakteri çeşidinin kullanılmış olmasıdır. Bakteri cinsine göre malzeme yüzeyinde oluşan adezyon miktarı değişebilir. Ayrıca çalışmamız in vitro koşullarda ve besi yeri ortamında gerçekleştirildiği için deney örnekleri 24 saat boyunca ve statik koşullar altında bakteriler ile temasta kalabilmiştir. Hâlbuki protetik malzeme çok daha uzun süreler boyunca bakteriler ile

temas halinde bulunmaktadır. Ağız içi ortamda dinamik etkileşimler söz konusudur ve dental plak mikroflorası kişiye, restorasyonun ağızda bulunduğu bölgeye ve kişinin beslenme alışkanlıklarına göre farklılıklar arz edebilir. Bu nedenle değerlendirdiğimiz kaplama malzemelerinin in vivo şartlarda plak birikimine nasıl etki edeceği konusunda ileri klinik çalışmalara ihtiyaç vardır. Çalışmamızın diğer bir sınırlaması olarak, bakteri adezyonunda etkili olan yüzey pürüzlülüğü dışındaki malzeme özellikleri (serbest yüzey enerjisi ve elektriksel özellikler gibi) incelenmemiştir. Kaplama malzemeleri arasındaki farklılıkları tam olarak açıklayabilmek için malzeme özelliklerini ve bakteri etkileşimini inceleyen ileri çalışmalara ihtiyaç vardır. Ayrıca bu çalışmada ağız içi bir restorasyonun maruz kaldığı yaşlanma ve termal etkiler ile diş fırçası ve dental enstrümanlara bağlı aşındırıcı etkiler simüle edilmemiştir. Uzun dönemli yıpratıcı etkiler karşısında kaplama malzemelerinin dayanıklılığını belirlemek için ileri çalışmalar gerekmektedir.

Bu tezin sınırları dahilinde; sabit protez yapımında kullanılan Ni-Cr alaşımı yüzeyine uygulanan çeşitli yüzey kaplama malzemelerinin yüzey pürüzlülüğü, S. mutans bakteri adezyonu ve kaplamaların alaşım yüzeyine bağlanma kuvveti değerlendirilerek aşağıdaki sonuçlara varılmıştır;

1. Grup içi karşılaştırmalarda sadece elektrolitik altın kaplama işlemi yüzey pürüzlülüğünde azalma meydana getirdi. Camsı kaplama anlamlı bir değişime neden olmazken, diğer kaplama malzemeleri ile yüzey pürüzlülüğünde artış gözlemlendi.
2. Gruplar arası karşılaştırmalarda kaplama malzemelerinin hiçbirinin birbirine ve Ni-Cr alaşımına göre pürüzlülük açısından anlamlı bir farklılık oluşturmadığı belirlendi.
3. S. mutans bakteri adezyonuna etkileri açısından en az bakteri adezyonu Ag-camsı kaplama grubundan elde edildi ve oluşan farklılık diğer kaplama malzemelerine ve Ni-Cr alaşımına göre istatistiksel olarak anlamlı bulundu.
4. Altın kaplama, TiAlN kaplama ve camsı kaplamanın Ni-Cr alaşımına göre istatistiksel olarak daha az S. mutans adezyonu sağladığı belirlendi.
5. TiN kaplama ile Ni-Cr alaşımı arasında S. mutans adezyonu açısından anlamlı bir fark tespit edilmedi.
6. Kullanılan kaplama malzemeleri arasında Ni-Cr alaşımına en kuvvetli yapışan kaplamanın elektrolitik yolla üretilen altın kaplama olduğu belirlendi.

7. TiAlN kaplamanın alaşıma bağlanma kuvvetinin TiN kaplamadan istatistiksel olarak anlamlı derecede daha fazla olduğu belirlendi.
8. Sol jel yöntemi ile elde edilen kaplamalar diğer kaplamalardan belirgin olarak daha zayıf yapışma kuvveti sergilediler.
9. Camsı kaplama içerisine %3'lük gümüş ilavesi, kaplamanın alaşıma bağlanma kuvvetinde istatistiksel olarak anlamlı bir değişime yol açmadı.

Sonuç olarak, yapılan birçok araştırmanın da gösterdiği gibi, ince yüzey kaplamaları ile malzemenin yüzey özelliklerini ve buna bağlı davranışını değiştirebilmek mümkündür. Bu bilgiden ilham alarak gerçekleştirdiğimiz çalışmamızda kullandığımız bazı kaplamalar sayesinde Ni-Cr alaşım yüzeyinin modifiye edilebildiğini ve yüzeyin daha az bakteri adezyonu sağlayabilen bir hale getirilebildiğini gördük. Yüzey kaplama işlemleri dental uygulamalar için ek süre, personel veya laboratuvar işlemi gerektirebilir. Ancak kaplama malzemelerinin sahip olduğu olumlu özellikler arttırılabilir ve mevcut dezavantajlar azaltılabilirse bu ek işlemler göze alınabilir ve uygulamaya dönüşebilir. Yeni teknolojik gelişmelerin ışığı altında yüzey özelliklerini iyileştiren ve bakteri adezyonunu azaltan dental malzemelerin geliştirilmesi ve uygulamaya dönüştürülebilmesine yönelik yapılacak ileri çalışmaların, dental patolojilerin önlenmesine yardımcı olarak, restorasyonun ağız içi kullanım ömrünün arttırılmasına, protez yenilemelerine ayrılan bütçe ve emeğin azaltılmasına ve koruyucu hekimlik kapsamında toplum ağız sağlığının iyileştirilmesine yardımcı olacağı kanaatindeyiz.

6. KAYNAKLAR

1. Rosenstiel SF, Fujimoto J, Land MF. Framework Design and Metal Selection for Metal Ceramic Restorations, In: Contemporary Fixed Prosthodontics (4th ed), St. Lois M, Elsevier, 2006: p 598-615.
2. O'Brien WJ. Alloys for Porcelain Fused to Metal Restorations, In: Dental Materials and Their Selection (3rd ed), O'brien WJ, Quintessence, USA, 2002: p 200-239.
3. Shillingburg HT. Metal-Ceramic Restorations, In: Fundamentals of Fixed Prosthodontics (3rd ed), Quintessence Pub, Chicago, 1997: p 455-461.
4. Libby G, Arcuri MR, LaVelle WE, Hebl L. Longevity of fixed partial dentures. J Prosthet Dent 1997;78: 127-131.
5. Fayyad MA, Al-Rafee MA. Failure of dental bridges. II. Prevalence of failure and its relation to place of construction. J Oral Rehabil 1996; 23: 438-440.
6. Hitch G, Pratten J, Taylor PW. Isolation of bacteriophages from the oral cavity. Letters in Applied Microbiology 2004;39: 215–219.
7. Marsh PD. Microbial ecology of dental plaque and its significance in health and disease. Adv Dent Res 1994; 8: 263-271.
8. Eick S, Glockmann E, Brandl B, Pfister W. Adherence of Streptococcus mutans to various restorative materials in a continuous flow system. J Oral Rehabil 2004; 31: 278-285.
9. Adamczyk E, Spiechowicz E. Plaque accumulation on crowns made of various materials. Int J Prosthodont 1990; 3: 285-291.
10. Holmberg K, Matthews A. Coatings Tribology, Tribology and Interface Engineering Series no: 56,Elsevier, UK, 2009: p 7-435.

11. Grossner-Schreiber B, Herzog M, Hedderich J, Duck A, Hannig M, Griepentrog M. Focal adhesion contact formation by fibroblasts cultured on surface-modified dental implants: an in vitro study. *Clin Oral Implants Res* 2006; 17: 736-745.
12. Valli J. A review of adhesio test methods for thin hard coatings. *J Vac Sci Technol A* 1986; 4: 3007-3014.
13. Wataha JC. Biocompatibility of dental casting alloys: a review. *J Prosthet Dent* 2000; 83: 223-234.
14. Zaimođlu A, Can G, Ersoy E, Aksu L. Diř Hekimliđinde Maddeler Bilgisi. Ankara Üniversitesi Basım Evi, Ankara 1993; s 411-468.
15. Anusavice KJ. Phillips' Science of Dental Materials (11th ed), Rudolf P, WB Saunders Elsevier, China 2003; p 563-653.
16. Karahanlı I. Farklı Yüzey İşlemleri Uygulanmış Alařım Gruplarına Bakteri Tutunmasının İn Vitro Deđerlendirilmesi Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi Sađlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara 2002:1-108.
17. Leinfelder KF. An evaluation of casting alloys used for restorative procedures. *J Am Dent Assoc* 1997; 128: 37-45.
18. Pierce LH, Goodkind RJ. A status report of possible risks of base metal alloys and their components. *J Prosthet Dent* 1989; 62: 234-238.
19. Wu Y, Moser JB, Jameson LM, Malone WFP. The effect of oxidation heat treatment on porcelain bond strength in selected base metal alloys. *J Prosthet Dent* 1991;66: 439.
20. Huang HH. Surface characterization of passive film on NiCr-based dental casting alloys. *Biomaterials* 2003; 24(9): 1575-1582.
21. Geis-Gerstorfer J, Passler K-. Studies on the influence of Be content on the corrosion behavior and mechanical properties of Ni-25Cr-10Mo alloys. *Dent Mater* 1993; 9: 177-181.
22. Bauer JR, Loguercio AD, Reis A, Rodrigues Filho LE. Microhardness of Ni-Cr alloys under different casting conditions. *Braz Oral Res* 2006; 20: 40-46.

23. Kelly JR, Rose TC. Nonprecious alloys for use in fixed prosthodontics: a literature review. *J Prosthet Dent* 1983; 49: 363-370.
24. Gilbert JL, Covey DA, Lautenschlager EP. Bond characteristics of porcelain fused to milled titanium. *Dent Mater* 1994; 10: 134-140.
25. Wataha. J. Alloys for prosthodontic restorations. *J Prosthet Dent* 2002; 87: 351-363.
26. He XS, Shi WY. Oral microbiology: past, present and future. *Int J Oral Sci* 2009; 1: 47-58.
27. Ataoglu T, Gürsel M. *Periodontoloji, Damla Ofset, Konya, 1997: s 25-29.*
28. Usta T. Feldspatik Porselenlerde Uygulanan Bitirme İşlemlerinin Yüzey Enerjisi ve Bakteriyel Tutunuma Olan Etkisi Doktora Tezi, Gülhane Askeri Tıp Akademisi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara 2006: 19-67.
29. Cengiz T, Mısırlıgil A, Aydın M. Oral Bakterilerde Adherence, In: *Tıp ve Diş Hekimliğinde Genel ve Özel Mikrobiyoloji*, Güneş Kitabevi Ltd Şti, Ankara, 2004: s 147-151.
30. Kökat AM. Farklı Protetik Restoratif Materyaller Üzerinde Oluşan Başlangıç Bakteriyel Plak Yapısının Kalitatif ve Kantitatif Olarak İncelenmesi. Doktora Tezi, Hacettepe Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara 2004: 3-56.
31. Sipahi C, Anil N, Bayramli E. The effect of acquired salivary pellicle on the surface free energy and wettability of different denture base materials. *J Dent* 2001; 29: 197-204.
32. Lendenmann U, Grogan J, Oppenheim FG. Saliva and dental pellicle--a review. *Adv Dent Res* 2000; 14: 22-28.
33. Hannig M, Hess NJ, Hoth-Hannig W, De Vrese M. Influence of salivary pellicle formation time on enamel demineralization--an in situ pilot study. *Clin Oral Investig* 2003; 7: 158-161.
34. Çizmecci F. Dental Materyal Yüzeylerinde Tükürük Tarafından Oluşturulan Biyofilm Tabakasının Değerlendirilmesi. Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara 2004: 87-97

35. Hannig M. Transmission electron microscopic study of in vivo pellicle formation on dental restorative materials. *Eur J Oral Sci* 1997; 105: 422-433.
36. Ahn SJ, Kho HS, Lee SW, Nahm DS. Roles of salivary proteins in the adherence of oral streptococci to various orthodontic brackets. *J Dent Res* 2002; 81: 411-415.
37. Knorr SD, Combe EC, Wolff LF, Hodges JS. The surface free energy of dental gold-based materials. *Dent Mater* 2005; 21: 272-277.
38. Bilgehan H. Klinik Mikrobiyoloji; Özel Bakteriyoloji ve Bakteri Enfeksiyonları, Barış Yayınları, İzmir, 2000: s 273-280.
39. Liljemark WF, Bloomquist C. Human oral microbial ecology and dental caries and periodontal diseases. *Crit Rev Oral Biol Med* 1996; 7: 180-198.
40. Çökük N. Çeşitli Full Seramik Sistemlerde Yüzey Pürüzlülüğünün ve Polisaj Metotlarının Bakteri Adezyonuna Etkisinin İncelenmesi. Doktora Tezi, Selçuk Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Konya 2007: 3-100.
41. İnan H. Tam Protezlerde Kullanılan Farklı Kaide Materyallerinin Yüzey Pürüzlülüğü, Yüzey Islanabilirliği ve Mikroorganizma Tutunması Yönünden İn Vitro İncelenmesi Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara 2007: 20-73
42. Ito HO. Infective endocarditis and dental procedures: evidence, pathogenesis, and prevention. *J Med Invest* 2006; 53: 189-198.
43. Islam B, Khan SN, Khan AU. Dental caries: from infection to prevention. *Med Sci Monit* 2007; 13: 196-203.
44. Nakano K, Fujita K, Nishimura K, Nomura R, Ooshima T. Contribution of biofilm regulatory protein A of *Streptococcus mutans*, to systemic virulence. *Microbes Infect* 2005; 7: 1246-1255.
45. Dodds MW, Edgar WM. The relationship between plaque pH, plaque acid anion profiles, and oral carbohydrate retention after ingestion of several reference foods by human subjects. *J Dent Res* 1988; 67: 861-865.
46. Fejerskov O. Concepts of dental caries and their consequences for understanding the disease. *Community Dent Oral Epidemiol* 1997; 25: 5-12.

47. An Y, Friedman R. Laboratory methods for studies of bacterial adhesion. *Journal of Microbiological Methods* 1997; 30: 141-152.
48. Kelstrup J, Funder-Nielsen TD. Adhesion of dextran to *Streptococcus mutans*. *J Gen Microbiol* 1974; 81: 485-489.
49. McBride BC, Gisslow MT. Role of sialic acid in saliva-induced aggregation of *Streptococcus sanguis*. *Infect Immun* 1977; 18: 35-40.
50. Quirynen M, Bollen CM. The influence of surface roughness and surface-free energy on supra- and subgingival plaque formation in man. A review of the literature. *J Clin Periodontol* 1995; 22: 1-14.
51. Nassar U, Meyer AE, Ogle RE, Baier RE. The effect of restorative and prosthetic materials on dental plaque. *Periodontol 2000* 1995; 8: 114-124.
52. Tünger A, Çavusoğlu C, Korkmaz M. *Mikrobiyoloji* (1 ed). Asya Tıp Yayıncılık, İzmir 2000: s 1-6.
53. Yoshida Y, Wakasa K, Kajie Y, et al. Adherent bacteria cells in five dental materials: sonication effect. *J Mater Sci Mater Med* 1998; 9: 117-120.
54. Satou J, Fukunaga A, Morikawa A, et al. Streptococcal adherence to uncoated and saliva-coated restoratives. *J Oral Rehabil* 1991; 18: 421-429.
55. Busscher HJ, Doornbusch GI, Van der Mei HC. Adhesion of mutants streptococci to glass with and without a salivary coating as studied in a parallel-plate flow chamber. *J Dent Res* 1992; 71: 491-500.
56. Verran J, Maryan CJ. Retention of *Candida albicans* on acrylic resin and silicone of different surface topography. *J Prosthet Dent* 1997; 77: 535-539.
57. Minagi S, Miyake Y, Inagaki K, Tsuru H, Suginaka H. Hydrophobic interaction in *Candida albicans* and *Candida tropicalis* adherence to various denture base resin materials. *Infect Immun* 1985; 47: 11-14.
58. Quirynen M, Marechal M, Busscher HJ, et al. The influence of surface free-energy on planimetric plaque growth in man. *J Dent Res* 1989; 68: 796-799.

59. Hahnel S, Rosentritt M, Burgers R, Handel G. Surface properties and in vitro *Streptococcus mutans* adhesion to dental resin polymers. *J Mater Sci Mater Med* 2008; 19: 2619-2627.
60. Akça E, Akça G, Gökçe S, Sultan N, Özdemir A. Farklı sabit protetik restorasyon maddelerinde bakteri tutunmasının incelenmesi. *Gülhane Tıp Dergisi* 2005; 47: 251-255.
61. Zortuk M, Kesim S, Kaya E, et al. Bacterial adhesion of *Porphyromonas gingivalis* on provisional fixed prosthetic materials. *Dent Res J* 2010; 7: 35-40.
62. Frank RM, Steuer P. Transmission electron microscopy of plaque accumulations in denture stomatitis. *J Prosthet Dent* 1985; 53: 115-124.
63. Burgers R, Gerlach T, Hahnel S, et al. In vivo and in vitro biofilm formation on two different titanium implant surfaces. *Clin Oral Implants Res* 2010; 21: 156-164.
64. Bollen CM, Papaioanno W, Van Eldere J, et al. The influence of abutment surface roughness on plaque accumulation and peri-implant mucositis. *Clin Oral Implants Res* 1996;7: 201-211.
65. Quirynen M, Gizani S, Mongardini C, et al. The effect of periodontal therapy on the number of cariogenic bacteria in different intra-oral niches. *J Clin Periodontol* 1999; 26: 322-327.
66. Burgers R, Eidt A, Frankenberger R, et al. The anti-adherence activity and bactericidal effect of microparticulate silver additives in composite resin materials. *Arch Oral Biol* 2009; 54: 595-601.
67. Nikawa H, Hamada T, Yamashiro H, Murata H, Subiwahjudi A. The effect of saliva or serum on *Streptococcus mutans* and *Candida albicans* colonization of hydroxylapatite beads. *J Dent* 1998; 26: 31-37.
68. Brusca MI, Chara O, Sterin-Borda L, Rosa AC. Influence of different orthodontic brackets on adherence of microorganisms in vitro. *Angle Orthod* 2007; 77: 331-336.
69. Bilgehan H. *Temel Mikrobiyoloji ve Bağışıklık Bilimi* (8. ed), Barış yayınları, İzmir, 1996: s 65-91.

70. Bjerkan G, Witso E, Bergh K. Sonication is superior to scraping for retrieval of bacteria in biofilm on titanium and steel surfaces in vitro. *Acta Orthop* 2009; 80: 245-250.
71. Aykan L. Akrilik Esaslı Yumuşak Astar Maddelerinde *Candida Albicans* Adezyonu ve Rest Monomer Salınımının Saptanması. Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara 2002: 45-46.
72. Evren BA. Çeşitli Türdeki Fibrillerle Kuvvetlendirilmiş Farklı Protez Kaide Materyallerine *Candida Albicans* Tutunmasının Değerlendirilmesi. Doktora Tezi, Marmara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, İstanbul 2005: 70-71.
73. Gürgün V, Halkman AK. Mikrobiyolojide Sayım Yöntemleri (2. ed). Gıda Teknolojisi Derneği, Ankara 1990: s 1-146.
74. Destan UI. Plazma Nitrüleme Yapılan Soy Olmayan Metal Alaşımlarına Mikrobiyolojik Tutunumun Radyoizotop İşaretleme Yöntemi Kullanılarak İn Vitro İncelenmesi, Doktora Tezi, Ege Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, İzmir 2005: 4-109.
75. T.C. Milli Eğitim Bakanlığı Mesleki Eğitim ve Öğretim Sisteminin Güçlendirilmesi Projesi. Gıda Tenolojisi-Koloni Sayımı (2007): s 3-44.
76. Balamurugan A, Rebelo A, Kannan S, et al. Characterization and in vivo evaluation of sol-gel derived hydroxyapatite coatings on Ti6Al4V substrates. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2007; 81: 441-447.
77. Kökçü D. Protez Kaide Materyallerinde Farklı Polisaj Yöntemlerinin Mikro sertlik ve Bakteriyel Kolonizasyon Üzerine Etkilerinin İncelenmesi Doktora Tezi, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Samsun 2007: 26-96.
78. Whitehead SA, Shearer AC, Watts DC, Wilson NH. Comparison of methods for measuring surface roughness of ceramic. *J Oral Rehabil* 1995; 22: 421-427.
79. Yılmaz K. Tekrarlanan Fırınlama İşlemleri Uygulanan Farklı Yapıdaki Dental Seramiklerde Değişik Parlatma Yöntemlerinin Yüzey Pürüzlülüğüne Etkisinin Atomik Kuvvet Mikroskobu ve Profilometre İle Değerlendirilmesi Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara 2007: 11-27.
80. Yöndem İ. Farklı Yüzey Bitirme İşlemlerinin Metal Desteksiz Seramik Restorasyonlarda Yüzey Pürüzlülüğü ve Kırılma Dayanımları Üzerindeki Etkisinin

Karşılaştırmalı olarak İncelenmesi Doktora Tezi, Selçuk Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Konya 2006: 45-47.

81. Jefferies SR. The art and science of abrasive finishing and polishing in restorative dentistry. Dent Clin North Am 1998; 42: 613-627.
82. Güleç Ş, Çapa M. Metallerin yüzey işlemleri ve özel imalat yöntemleri, İstanbul Teknik Üniversitesi yayınları sayı:1561, İstanbul, 1995: s 73-75
83. Avcı GG. İşlevsel Nano Kaplamalar. (2009, Nisan) Bilim ve Teknik: s 48-49.
84. Savaş S. Manyetik Alanda Sıçratma Metodu İle Üretilen TiAlN Kaplamaların Yapısal, Mekanik ve Tribolojik Özelliklerinin İncelenmesi. Doktora Tezi, Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kayseri 2010: 3-132.
85. Türküz MC. Fiziksel Buhar Biriktirme Yöntemi ile Yapılan Zirkonyum Nitrid ince Film Kaplamanın Kaplama Parametrelerinin incelenmesi ve Optimizasyonu. Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul: 3-65.
86. Kartal İ. UV Işınlarıyla Sertleşebilen Çizilmeye, Aşınmaya ve Kirlenmeye Dayanıklı Kaplama Malzemeleri ve Uygulamaları. Doktora Tezi, Marmara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü 2009: 22-120.
87. Demircan M. Elektrolitik Kaplamada Organometalik Malzemelerin Kaplama Verimliliğine Etkisi. Yüksek Lisans, Kocaeli Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kocaeli 2008: 2-68.
88. Yüzey Teknolojileri Her Geçen Gün Çok Daha Önem Kazanacak (2008, Temmuz-Ağustos) Yüzey İşlem ve Kumlama Dergisi, 6: 6-9
89. Hauert R. A review of modified DLC coatings for biological applications. Diam Relat Mater 2003; 12: 583-589.
90. Chien C, Liu K, Duh J, Chang K, Chung K. Effect of nitride film coatings on cell compatibility. Dent Mater 2008; 24: 986-993.
91. Chung K, Liu G, Duh J, Wang J. Biocompatibility of a titanium-aluminum nitride film coating on a dental alloy. Surf Coat Technol 2004; 188: 745- 749.

92. Alpdoruk D. Kesici Takımlar Üzerine Yapılan TiN Sert Seramik Kaplamanın Kesici Takım Ömrüne Etkisi. Yüksek Lisans tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul 1996: 50-94.
93. Palanna OG. Metal Finishing In: Engineering Chemistry, Jajoriya T, Tata McGraw Hill Education Pvt Ltd, New Delhi 2009: p 183-186.
94. Topol EJ. Text Book of Interventional Cardiology (4th ed), Lanehan A, Elsevier, USA, 2003: p 654
95. Kiraz N, Kesmez Ö, Burunkaya E, et al. Antibacterial glass films prepared on metal surfaces by sol-gel method. J Sol-Gel Sci Technol 2010;56: 227-235.
96. Sheeja D, Tay B, Lau S, Nung L. Tribological characterisation of diamond-like carbon coatings on Co-Cr-Mo alloy for orthopaedic applications Surf Coat Technol 2001; 146: 410-416.
97. Navinek B, Panjan P, Miloev I. PVD coatings as an environmentally clean alternative to electroplating and electroless processes. Surf Coat Tech 1999; 116: 476-487.
98. Kanani N. Electroplating Basic Principles, Processes and Practice (1st ed). Elsevier, UK, 2004: p 5-93.
99. Sönmez A. Galvano Kronlarda Marjinal Adaptasyonun ve Porselen Bağlantısının İn-Vitro İncelenmesi ve Ni-Cr Alaşımlarla Karşılaştırılması Doktora Tezi, Başkent Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara 2008: 10-62
100. Kurtulmuş E. Gümüş Kaplama Atık Suyundan Gümüşün Geri Kazanılması. Yüksek Lisans, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya 2008: 2-8.
101. Eroğlu Z. Galvano Seramik, Metal Seramik ve Tam Seramik Üç Üyeli Köprü Protezlerinin Kırılma Dirençlerinin İn Vitro Olarak Karşılaştırılması. Doktora Tezi, Erciyes Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Kayseri 2010: 77-88
102. Rudolf R, Anžel I, Stamenković D. Dental materials: Challenge and usage of the latest inventions. Metalurgija 2008; 14: 135-142.
103. Shi YL, Mu YZ, Zhao N, Ge SH. Short-term observation of gold-plating unprecious metal ceramic crown in restoring anterior tooth. Shanghai Kou Qiang Yi Xue 2005; 14: 11-13.

104. Knosp H, Holliday R, Corti C. Gold in dentistry: Alloys, uses and performance. *Gold Bull* 2003; 36: 93-102.
105. Hsu HC, Yen SK. Evaluation of metal ion release and corrosion resistance of ZrO₂ thin coatings on the dental Co-Cr alloys. *Dent Mater* 1998; 14: 339-346.
106. Shuman IE. 24-karat gold and the art of aesthetics. *Dent Today* 2001; 20: 58-60.
107. Greven B, Luepke M, Von Dorsche SH. Telescoping implant prostheses with intraoral luted galvano mesostructures to improve passive fit. *J Prosthet Dent* 2007; 98: 239-244.
108. Özen J. Sabit Protetik Restorasyon Materyallerinin Periodontal Dokular Üzerine Olan Etkilerinin İmmünolojik Yönden İncelenmesi Doktora Tezi, Gülhane Askeri Tıp Akademisi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Ankara 2001: 3-44.
109. Schmalz G, Arenholt-Bindslev D. Dental Alloys In: *Biocompatibility of Dental Materials*, Springer, Germany, 2009: p 221-246.
110. Çalışkan M. Katodik Ark PVD Yöntemiyle ZrN ve Zr/ZrN kaplamaların Biriktirilmesi. Yüksek Lisans tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul 2005:3-50.
111. Krishnan V, Krishnan A, Remya R, et al. Development and evaluation of two PVD-coated beta-titanium orthodontic archwires for fluoride-induced corrosion protection. *Acta Biomater* 2011;7: 1913-1927.
112. Knotek O, Löffler F. Physical vapour deposition coatings for dental prostheses. *Surf Coat Tech* 1992; 55: 536-540.
113. Tek Z, Güngör M, Çal E. et al. A Study of the Mechanical Properties of TiN Coating of Cr-Ni Alloy. *Surf Coat Tech* 2005;196:317-320.
114. Leyland A, Matthews A. Thick Ti/TiN multilayered coatings for abrasive and erosive wear resistance. *Surf Coat Tech* 1999; 70: 19-25.
115. Özet M. Bazı Metallerin RF Magnetron Sıçratma Yöntemiyle TiN ve TiAlN İle Kaplanması. Yüksek Lisans tezi, Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kayseri 2008: 12-57.

116. Zurlini P, Montenero A, Senin N, Groppetti R, Fabbri P. Titanium and zirconium hard coatings on glass substrates prepared by the sol-gel method. *Thin Solid Films* 2009; 517: 5881-5887.
117. Paschoal AL, Vanancio EC, Canale de C, et al. Metallic biomaterials TiN-coated: corrosion analysis and biocompatibility. *Artif Organs* 2003; 27: 461-464.
118. Tsai S, Salehi A, Pawar V, Sprague J. Corrosion Evaluation of TiN Coated Stainless Steel External Fixation Pins. *Medical Device Materials: proceedings from the materials & processes for medical devices conference*, p 180-183, 2004, USA
119. Liu C, Bi Q, Matthews A. Tribological and electrochemical performance of PVD TiN coatings on the femoral head of Ti-6Al-4V artificial hip joints. *Surf Coat Tech* 2003; 164: 597-604.
120. Huang HH, Hsu CH, Pan SJ, et al. Corrosion and cell adhesion behavior of TiN -coated and ion-nitrided titanium for dental applications. *Applied Surface Science* 2005; 244: 252-256.
121. Ezirmik KV. Nitrür Seramik Kaplamaların Yüksek Sıcaklıklarda Oksidasyon Davranışının İncelenmesi. Yüksek Lisans tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum: 74-76.
122. Bienk EJ, Reitz H, Mikkelsen NJ. Wear and friction properties of hard PVD coatings *Surf Coat Tech* 1995; 77: 475-480.
123. Budakoğlu R. Cam Yüzeylerine Sol-jel Prosesiyle Hidrofob ve Oleofob Özelliklerin Kazandırılması. Doktora Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul 2006: 3-9.
124. Fathi MH, DoostMohammadi A. Preparation and characterization of sol-gel bioactive glass coating for improvement of biocompatibility of human body implant. *Materials Science & Engineering A* 2008; 474: 128-133.
125. Filiaggi MJ, Pilliar RM, Yakubovich R, Shapiro G. Evaluating sol-gel ceramic thin films for metal implant applications. I. Processing and structure of zirconia films on Ti-6Al-4V. *J Biomedical Mater Res (Applied Biomaterials)* 1996; 33: 225-238.

126. Boztoprak Y, Kahraman MV, Kayaman NA, Gngr A. Sol-jel tekniđiyle kaplanan polikarbonatların fiziksel zelliklerinin incelenmesi, 8. Uluslar Arası Kırılma Konferansı, s 330-337, 7–9 Kasım 2007, İstanbul, Trkiye.
127. Sanchez C, Livage J. Sol-gel chemistry from metal alkoxide precursors. *New journal of chemistry* 1990; 18: 1007-1047.
128. Kartal İ, Kahraman MV, Apohan NK, Gngr A. Florlu Sol-Jel Silica ile Kaplanan ABS Plakaların Kaplama Performanslarının İncelenmesi. 5. Uluslararası İleri Teknolojiler Sempozyumu, 13-15 Mayıs 2009, Karabk, Trkiye.
129. Tatar P. Antibakteriyel Kaplamalar. Yksek Lisans, Akdeniz niversitesi Fen Bilimleri Enstits, Antalya 2007:4-30.
130. Sepulveda P, Jones JR, Hench LL. Bioactive sol-gel foams for tissue repair. *J Biomed Mater Res* 2002; 59: 340-348.
131. Twidler CJ. Sol-Gel Derived Hydroxyapatite, Fluorhydroxyapatite and Fluorapatite Coatings for Titanium Implants. Doktora Tezi, University College London UCL Eastman Dental Institute, London 2009: 53-69.
132. Lawrence Livermore National Laboratory (2005). [<https://www.llnl.gov/str/May05/Satcher.html>], Eriřim Tarihi: 05.05.2011
133. Brinker CJ, Hurd AJ. Fundamentals of sol-gel dip coating. *J Phys III Fiance* 1994; 4: 1231-1242.
134. Sanchez C, Ribot F. Design of hybrid organic - inorganic materials synthesized via sol-gel chemistry. *New Journal of Chemistry* 1994; 16: 1014-1028.
135. Yılmaz ř, Gnay V. Cam-Seramik Malzemeler. *Metalurji Dergisi* 1999; 23: 12-17.
136. Peddi L, Brow RK, Brown RF. Bioactive borate glass coatings for titanium alloys. *J Mater Sci: Mater Med* 2008; 19: 3145-3152.
137. Kawashita M, Toda S, Kim HM, Kokubo T, Masuda N. Preparation of antibacterial silver-doped silica glass microspheres. *J Biomed Mater Res* 2003; 66: 266-274.
138. Advincula MC, Peterson D, Rahemtulla F, Advincula R, Lemons JE. Surface Analysis and Biocorrosion Properties of Nanostructured Surface Sol–Gel Coatings on Ti6Al4V

- Titanium Alloy Implants. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* 2007; 80: 107-120.
139. Atanacio AJ, Latella BA, Barbé CJ, Swain MV. Mechanical properties and adhesion characteristics of hybrid sol–gel thin films. *Surf Coat Technol* 2005; 192: 354-364.
140. Sakka S. Preparation and Properties of Sol-Gel Coating Films. *J Sol-Gel Sci Technol* 1994; 2: 451-455
141. Mendonça G, Mendonça DBS, Simões LGP, et al. Nanostructured Alumina-Coated Implant Surface: Effect on Osteoblast-Related Gene Expression and Bone-to-Implant Contact In Vivo. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2009; 24: 205-215.
142. Taira M, Yamaki M. Preparation of SiO₂-Al₂O₃ glass powders by the sol-gel process for dental applications. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* 1995; 6: 197-200.
143. Akhavan O, Gaderi E. Bactericidal effects of Ag nanoparticles immobilized on surface of SiO₂ thin film with high concentration. *Current Applied Physics* 2009; 9: 1381-1385.
144. Noda I, Miyaji F, Ando Y, et al. Development of novel thermal sprayed antibacterial coating and evaluation of release properties of silver ions. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2009;89: 456-465.
145. Djokie S. Treatment Of Various Surfaces with Silver and Its Compounds For Topical Wound Dressings, Catheter And Other Biomedical Applications. *ECS Transactions* 2008; 11: 1-12.
146. Kim TN, Feng QL, Kim JO, et al. Antimicrobial effects of metal ions (Ag⁺, Cu²⁺, Zn²⁺) in hydroxyapatite *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* 1998:129-134.
147. Lansdown AB. Silver. I: Its antibacterial properties and mechanism of action. *J Wound Care* 2002; 11: 125-130.
148. Jeon HJ, Yi SC, Oh SG. Preparation and antibacterial effects of Ag-SiO₂ thin films by sol-gel method. *Biomaterials* 2003; 24: 4921-4928.
149. Schierholz JM, Wachol-Drewek Z, Lucas LJ, Pulverer G. Activity of silver ions in different media. *Zentralbl Bakteriol* 1998; 287: 411-420.

150. Waler SM, Rölla G. Comparison between plaque inhibiting effect of chlorhexidine and aqueous solutions of copper- and silver-ions. *Scand J Dent Res* 1982; 90: 131-133.
151. Bhushan B, Gupta BK. Screening Methodology for Materials, Coatings and Surface Treatments, In: *Handbook of Tribology*, Mc Graw-Hill Inc, New York, 1991: p 15.45-15.56.
152. Gonczy ST, Randall N. An ASTM Standard for Quantitative Scratch Adhesion Testing of Thin, Hard Ceramic Coatings. *Int J Appl Ceram Technol* 2005; 2: 422-428.
153. Coghill MDE. Scratch adhesion testing of soft metallic coatings on glass. *Surf Coat Tech* 1990; 41: 135-146.
154. Jaworski R, Pawlowski L, Roudet F, Kozerski S, Petit F. Characterization of mechanical properties of suspension plasma sprayed TiO₂ coatings using scratch test. *Surf Coat Tech* 2008; 202: 2644–2653.
155. Kuula H, Könönen E, Launatmaa K, Kattinen YT, Könönen M. Attachment of Oral Gram-negative Anaerobic Rods to a Smooth Titanium Surface: An Electron Microscopic Study. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2004;19: 803-809.
156. Carson KR, Goodell GG, McClanahan SB. Comparison of the Antimicrobial Activity of Six Irrigants on Primary Endodontic Pathogens. *JOE* 2005; 31: 471-473.
157. Dalkız M, Beydemir B, Gökçe HS. Değişik materyallerden yapılan sabit kuronların dişeti sağlığına etkileri. *Gülhane Tıp Dergisi* 2002; 44: 378-385.
158. Valderhaug J. A 15-year clinical evaluation of fixed prosthodontics. *Acta Odontol Scand* 1991; 49: 35-40.
159. Walton JN, Gardner FM, Agar JR. A survey of crown and fixed partial denture failures: length of service and reasons for replacement. *J Prosthet Dent* 1986; 56: 416-421.
160. Zaimoğlu A, Yurdukoru B, Ersoy E. Köprü protezi uygulamalarında gövde mukoza ilişkisi. *Ankara Üniversitesi Diş hekimliği Fakültesi Dergisi* 1989;16: 419-424.
161. Goodson JM, Shoher I, Imber S, Som S, Nathanson D. Reduced dental plaque accumulation on composite gold alloy margins. *J Periodontal Res* 2001; 36: 252-259.

162. Schrott AR, Jimenez M, Hwang JW, Fiorellini J, Weber HP. Five-year evaluation of the influence of keratinized mucosa on peri-implant soft-tissue health and stability around implants supporting full-arch mandibular fixed prostheses. *Clin Oral Impl Res* 2009; 20: 1170-1177.
163. Ma JF, Liu JS, Zhang DF, et al. Study on the surface roughness of three dental alloys soaked in artificial saliva. *Shanghai Kou Qiang Yi Xue* 2007; 16: 307-310.
164. Steinberg D, Eyal S. Initial biofilm formation of *Streptococcus sobrinus* on various orthodontics appliances. *J Oral Rehabil* 2004; 31: 1041-1045.
165. Burne R. Oral streptococci, Products of their environment. *J Dent Res* 1998; 77: 445-452.
166. Efeoğlu NF. Protetik Restorasyonlarda Kullanılan Değişik Metal Alaşımından İn Vitro Biyolojik Ortamlarda Hızlandırılmış Yöntemle Serbestleşen Bazı Elementlerin Belirlenmesi ve Sitotoksik Etkilerinin Hücre Kültüründe İncelenmesi Doktora Tezi, Ege Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, İzmir 2004: 10-45.
167. Erdem AP. *Streptococcus Mutans* ve *Streptococcus Sobrinus* Biyofilmlerinde Üç Farklı Fluorid Verniğinin Fluorid Konsantrasyonlarının ve Antibakteriyel Etkilerinin incelenmesi. Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, İstanbul 2006: 77-107
168. Liu KT, Duh JG. Electrochemical İmpedance Study of TiAlN Film Coating on a Ni-Based Alloy in 0. 9% NaCl. *J Mater Sci* 2008; 43: 3589-3595.
169. Aksoy G, Örgen EK, Bıçakçı A. Farklı eritme yöntemlerinin yeni baz metal alaşımları ile bunlara değişik oranlarda artık alaşım karıştırılmış olanların dökülebilirlikleri üzerindeki etkilerinin karşılaştırılması. *EÜ Diş Hek Fak Derg* 1996; 6: 14-18.
170. Knoernschild KL, Campbell SD. Periodontal tissue responses after insertion of artificial crowns and fixed partial dentures. *J Prosthet Dent* 2000; 84: 492-498.
171. Verran J, Whitehead K. Factors affecting microbial adhesion to stainless steel and other materials used in medical devices. *Int J Artif Organs* 2005; 28: 1138-1145.
172. Nakazato G, Tsuchiya H, Sato M, Yamauchi M. In vivo plaque formation on implant materials. *Int J Oral Maxillofac Implants* 1989; 4: 321-326.

173. Harlin P, Carlsson P, Bexell U, Olsson M. Influence of surface roughness of PVD coatings on tribological performance in sliding contacts. *Surf Coat Tech* 2006; 201: 4253–4259.
174. Yang JM, Chen HS, Hsu YG, Lin FH, Chang YH. Organic-inorganic hybrid sol-gel materials, 2 Application for dental composites. *Die Angewandte Makromolekulare Chemie* 1996; 251: 61-72.
175. Podgornik B, Hogmark S, Sandberg O. Influence of surface roughness and coating type on the galling properties of coated forming tool steel. *Surf Coat Tech* 2004; 184: 338–348.
176. Scarano A, Piattelli M, Vrespa G, Caputi S, Piattelli A. Bacterial adhesion on titanium nitride-coated and uncoated implants: an in vivo human study. *J Oral Implantol* 2003; 29: 80-85.
177. Steinberg D, Eyal S. Early formation of *Streptococcus sobrinus* biofilm on various dental restoratif materials. *Journal of Dentistry* 2002; 30: 47-51.
178. Pratt-Terpstra IH, Weerkamp AH, Busscher HJ. The Effects of Pellicle Formation on Streptococcal Adhesion to Human Enamel and Artificial Substrata with Various Surface Free energies. *J Dent Res* 1989; 68: 463-467.
179. Steinberg D, Mor C, Dogan H, Zacks B, Rotstein I. Effect of salivary biofilm on the adherence of oral bacteria to bleached and non-bleached restorative material. *Dent Mater* 1999; 15: 14-20.
180. Waters MGJ, Williams DW, Jagger RG, Lewis MAO. Adherence of *Candida albicans* to experimental denture soft lining materials. *J Prosthet Dent* 1997; 77: 306-312.
181. Sardin S, Morrier JJ, Benay G, Barsotti O. In vitro streptococcal adherence on prosthetic and implant materials. Interactions with physicochemical surface properties. *Journal of Oral Rehabilitation* 2004; 31: 140-148.
182. De Jong HP, De Boer P, Busscher HJ, Van Pelt AWJ, Arends J. Surface Free Energy Changes of Human Enamel during Pellicle Formation. An in vivo Study. *Caries Res* 1984; 18: 408-415
183. Olsson J, Carlen A, Holmberg K. Inhibition of *Streptococcus mutans* Adherence by Means of Surface Hydrophilization. *J Dent Res* 1990; 69: 1586-1591.

184. Montanaro L, Campoccia D, Rizzi S, et al. Evaluation of bacterial adhesion of *Streptococcus mutans* on dental restorative materials. *Biomaterials* 2004; 25: 4457–4463.
185. Fazelia MR, Hosseinia V, Shamsab F, Jamalifara H. Preparation and in-vitro Antibacterial Evaluation of Electroless Silver Coated Polymers. *Iranian Journal of Pharmaceutical Research* 2010; 9: 259-264.
186. Kobayashi N, Bauer TW, Tuohy MJ, Fujishiro T, Procop GW. Brief ultra-sonication improves detection of biofilm-formative bacteria around a metal implant. *Clin Orthop* 2007; 457: 210-213.
187. Deghani MH. Effectiveness of Ultrasound on the Destruction of *E. coli*. *American Journal of Environmental Sciences* 2005; 1: 187-189.
188. Mason TJ, Tiehm A. The Design of Ultrasonic Reactors For Environmental Remediation, In: *Advances of Sonochemistry* (1st ed). Elsevier, Netherlands, 2001: p 250.
189. Ağuloğlu S. Üç Farklı Mikroorganizmanın Dört Farklı Protetik Estetik Materyal Üzerine Tutunma Miktarlarının İn Vitro Olarak Karşılaştırılması. *Doktora Tezi, Dicle Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Diyarbakır* 2003: 18-60
190. Yamamoto K, Ohashi S, Aono M, et al. Antibacterial activity of silver ions implanted in SiO₂ filler on oral streptococci *Dent Mater* 1996; 12: 227-229.
191. Li L, Liu L. Microbial corrosion of dental alloy. *Sheng Wu Yi Xue Gong Cheng Xue Za Zhi* 2004; 21: 864-866.
192. Xiao-Ting S, Li L, Kang-nan M, Yan-zhen Z, Bo-gui L. Study of the correlation between *Streptococcus mutans* adhesion and surface corrosion in casting titanium and Ti alloy. *Shanghai journal of stomatology* 2008; 17: 633-637.
193. App GB. Effect of silicate, amalgam, and cast gold on the gingiva. *J Prosthet Dent* 1961; 11: 522-532.
194. Cavazos E. Tissue response to fixed partial denture pontics. *J Prosthet Dent* 1968; 20: 143-153.

195. Moffa JP, Guckes AD, Okawa TM, Lilly GE. An evaluation of nonprecious alloys for use with, Porcelain veneers. Part II. Industrial safety and Biocompatibility. *J Prosthet Dent* 1973; 4: 432-441.
196. Bessing C, Kallus T. Evaluation of tissue response to dental alloys by subcutaneous implantation. *Acta Odontol Scand* 1987; 42: 99-101.
197. Valderhaugh J, Jokstad A, Ambjornsen E, Norheim PW. Assessment of the periapical and clinical status of crown teeth over 25 years. *J Dent* 1997; 25: 97-105.
198. Nathanson D, Nagai S, Po S, Yamamoto H, Weber H. Preliminary Evaluation of the Effect of Crown on Gingival Color. IADR/AADR/CADR 82nd General Session, March 10-13, 2004, Hawaii.
199. Chen ZH, Liu L, Mao YJ. Effect of aurum coating on corrosion resistance of Ni-Cr alloy. *Zhonghua Kou Qiang Yi Xue Za Zhi* 2007; 42: 118-121.
200. McCormick W. Dental Restoration with Gold Plated (2009), US Pat. 11844034, Appl. No:11/844,034
201. Raimondi MT, Pietrabissa R. The in-vivo wear performance of prosthetic femoral heads with titanium nitride coating. *Biomaterials* 2000; 21: 907-913.
202. Jones MI, McColl IR, Grant DM, Parker KG, Parker TL. Protein adsorption and platelet attachment and activation on TiN, TiC, and DLC coatings on titanium for cardiovascular applications. *J Biomed Mater Res* 2000; 52: 413-421.
203. Manso M, Ogueta S, Pe'rez-Rigueiro J, Garcí'a JP, Martí'nez-Duart JM. Testing biomaterials by the in-situ evaluation of cell response. *Biomolecular Engineering* 2002; 19: 239-242.
204. Türkan U, Öztürk O, Eroğlu A. Metal ion release from TiN coated CoCrMo orthopedic implant material. *Surf Coat Tech* 2006; 200: 5020-5027.
205. Rylska D, Sokołowski J, Klimek L. Corrosion resistance investigations of prosthetic dental alloys coated by TiN. *Annals of Transplantation* 2004; 9: 104-108
206. Park S, Kim Y, Lim H, et al. Gold and titanium nitride coatings on cast and machined commercially pure titanium to improve titanium-porcelain adhesion. *Surf Coat Tech* 2009; 203: 3243-3249.

207. Taira Y, Hai K, Matsumura H, Atsuta M. Adhesive bonding of titanium nitride-plated stainless steel for magnetic attachments. *Eur J Oral Sci* 2001; 109: 204-207.
208. Hu B, Chen J. Effect of TiN coating on corrosion resistance of dental NiCr alloy *Shanghai Kou Qiang Yi Xue* 2009; 18: 73-76.
209. Ceschini L, Lanzoni E, Martini C, Prandstraller D, Sambogna G. Comparison of dry sliding friction and wear of Ti6Al4V alloy treated by plasma electrolytic oxidation and PVD coating *Wear* 2008; 264: 86-95
210. Zou J, Chen J, Hu B. Effect of titanium nitride coating on bacterial corrosion resistance of dental Co-Cr alloy *Shanghai Kou Qiang Yi Xue* 2010; 19: 173-177.
211. Münz WD. Titanium aluminum nitride films: A new alternative to TiN coatings. *J Vac Sci Technol, A, Vac Surf Films* 1986; 4: 2717-2725.
212. Castanho JM, Vieira MT. Effect of ductile layers in mechanical behaviour of TiAlN thin coatings. *Journal of Materials Processing Technology* 2003; 143-144: 352–357.
213. Ma LW, Cairney JM, Hoffman MJ, Munroe PR. Deformation and fracture of TiN and TiAlN coatings on a steel substrate during nanoindentation. *Surf Coat Tech* 2006; 200: 3518-3526
214. Yoon SY, Lee KO, Kang SS, Kim KH. Comparison for mechanical properties between TiN and TiAlN coating layers by AIP technique. *Journal of Materials Processing Technology* 2002; 130: 260–265.
215. Chung KH, Duh JG, Shin D, Cagna DR, Cronin RJ. Characteristics and Porcelain Bond Strength of (Ti,Al)N Coating on Dental Alloys. *J Biomed Mater Res (Appl Biomater)* 2002; 63: 516-521.
216. Kelly P, Li H, Whitehead KA, Verran J, Arnell RD, Lordanova I. A study of the antimicrobial and tribological properties of TiN/Ag nanocomposite coatings. *Surf Coat Tech* 2009; 204: 1137-1140.
217. Li B, Logan BE. Bacterial adhesion to glass and metal-oxide surfaces. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* 2004; 36: 81-90.

218. Surowska B, Walczak M, Bieniaś J. Application of the Sol-Gel Coatings in Dental Prosthesis, 12th International Scientific Conference Achievements in Mechanical and Materials Engineering, 2003, p 871-874, Opava, Czech Republic.
219. Ochsenbein A, Chai F, Winter S, et al. Osteoblast responses to different oxide coatings produced by the sol-gel process on titanium substrates *Acta Biomaterialia* 2008; 4: 1506–1517.
220. Yoshida K, Tanagawa M, Kamada K, et al. Silica coatings formed on noble dental casting alloy by the sol-gel dipping process. *J Biomed Mater Res* 1999; 46: 221-227.
221. Yoshida K, Kamada K, Sato K, et al. Thin Sol-Gel-Derived Silica Coatings on Dental Pure Titanium Casting. *J Biomed Mater Res (Appl Biomater)* 1999; 48: 778-785.
222. Bieniaś J, Surowska B, Stoch A, Matraszek H, Walczak M. The influence of SiO₂ and SiO₂-TiO₂ intermediate coatings on bond strength of titanium and Ti6Al4V alloy to dental porcelain. *Dent Mater* 2009; 25: 1128-1135.
223. Xie H, Wang X, Wang Y, et al. Effects of sol-gel processed silica coating on bond strength of resin cements to glass-infiltrated alumina ceramic. *J Adhes Dent* 2009; 11: 49-55.
224. Zhang XF, Zheng H, Han DW. Effect of nano-silica coating on bonding strength of zirconia ceramics to dentin. *Shanghai Kou Qiang Yi Xue* 2009; 18: 198-202.
225. Hu B, Zhang FQ. The effect on anti-acid corrosion resistance of Ni-Cr alloy coating titanium. *Shanghai Kou Qiang Yi Xue* 2003; 12: 132-135.
226. Ramires PA, Wennerberg A, Johansson CB, et al. Biological behaviour of sol-gel coated dental implants. *Journal of Materials science: Materials in Medicine* 2003; 14: 539-545.
227. Ertuğrul F, Eltem R, Eronat C. A Comparative Study of Plaque Mutans Streptococci Levels in Children Receiving Glass Ionomer Cement and Amalgam Restorations *Journal of Dentistry for Children* 2003; 70: 10-14.
228. Stipetić J, Celebić A, Catović A. Early antibacterial effect of Pd-Ag dental alloy on aerobic and microaerophilic flora in oral cavity. *Coll Antropol* 1998; 22: 31-38.

229. Nikawa H, Yamamoto T, Hamada T, Rahardjo MB, Murata H. Antifungal effect of zeolite-incorporated tissue conditioner against *Candida albicans* growth and/or acid production. *J Oral Rehabil* 1997; 24: 350-357
230. Yoshida K, Tanagawa M, Matsumoto S, Yamada T, Atsuta M. Antibacterial activity of resin composites with silver-containing materials. *Eur J Oral Sci* 1999; 107: 290-296.
231. Liu H, Chen Q, Song L, et al. Ag-Doped Antibacterial Porous Materials With Slow Release of Silver Ions. *Journal of Non-Crystalline Solids* 2008; 354: 1314-1317.
232. Takadom J, Bennani HH. Influence of substrate roughness and coating thickness on adhesion, friction and wear of TiN films. *Surf Coat Tech* 1997; 96: 272-282.
233. Yen SK, Guo MJ, Zan HZ. Characterization of electrolytic ZrO₂ coating on Co-Cr-Mo implant alloys of hip prosthesis. *Biomaterials* 2001; 22(2): 125-133.
234. Wu SJ, Yen SK. Electrolytic Gradient Al₂O₃:ZrO₂ Composite Coatings on Ti6Al4V Implant Alloys. 204th Meeting of The Electrochemical Society, 1219, 2003, Orlando, USA.
235. Park CI, Choe HC, Chung CH. Effects of Surface Coating on the Screw Loosening of Dental Abutment Screws. *Metal and Materials International* 2004; 10: 549-553.
236. Grössner-Schreiber B, Griepentrog M, Haustein I, et al. Plaque formation on surface modified dental implants. An in vitro study. *Clin Oral Implants Res* 2001; 12: 543-551.
237. Mengel R, Meer C, Jacoby LF. The Treatment of Uncoated and Titanium Nitride-Coated Abutments with Different Instruments. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2004; 19: 232-238.
238. Kim H, Kim CY, Kim DW, et al. Wear performance of self-mating contact pairs of TiN and TiAlN coatings on orthopedic grade Ti-6Al-4V. *Biomed Mater* 2010; 5: 1-9.
239. Shin'ichi M, Seichi M, Toshiro Y. Effect of Hard-Coated Die on Surface Roughness of Extruded Aluminum Alloy. *Bulletin of Toyama Prefectural University* 2004;14 (Abstract).
240. Surpi A, Poli F, Armelao L, et al. Surface roughness reduction in X-ray mirrors via sol-gel silica coatings. *Optics Communications* 2008; 281: 3217-3220.

241. Guillén C, Martínez MA, Vicente GS, Morales A, Herrero J. Leveling effect of sol-gel SiO₂ coatings onto metallic foil substrates. *Surf Coat Tech* 2001; 138: 205-210.
242. Sierra JF, Ruiz F, Pena DCC, Martínez GF, Martínez AE. The antimicrobial sensitivity of *Streptococcus mutans* to nanoparticles of silver, zinc oxide, and gold. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine* 2008;4: 237-240
243. Zeytun G. Köprülerin Elde Edildiği Çeşitli Materyallere Göre Bakteri Plaklarının Yerleşim Özellikleri. Doktora Tezi, Marmara Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, İstanbul 1990: 79-68
244. Siegrist BE, Brex MC, Gusberti FA, Joss A, Lang NP. In vivo early human dental plaque formation on different supporting substances. A scanning electron microscopic and bacteriological study. *Clin Oral Implants Res* 1991; 2: 38-46.
245. Groessner-Schreiber B, Hannig M, Duck A, Griepentrog M, Wenderoth DF. Do different implant surfaces exposed in the oral cavity of humans show different biofilm compositions and activities? *Eur J Oral Sci* 2004; 112: 516-522.
246. Chen Z, Liang ZR, Shi GH, Han DW. Influence of TiN coating on bacteria adhesion of Ti surface. *Journal of Tongji University (Medical Science)* 2008; 1:(Abstract).
247. Aytutuldu N. Titanyum Yüzeyler Üzerindeki Elmas Benzeri Karbon Kaplamanın Mikrobiyolojik ve Biyokimyasal Açından Etkinliğinin İncelenmesi. Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Adana 2009: 57-62.
248. Ma X, Yu ZH, Chen G. Effect on Bacterial Adhesion of Dental Medical Ni-Ti and Ni-Cr Alloy Surface with TiN Coating. *Journal of Oral Science Research* 2010; 5:(Abstract).
249. Chen JT, Wang J, Zhang F, et al. Characterization and temperature controlling property of TiAlN coatings deposited by reactive magnetron co-sputtering. *Journal of Alloys and Compounds* 2009; 472: 91-96.
250. Grzesik W, Zalisz Z, Krol S, Nieslony P. Investigations on friction and wear mechanisms of the PVD-TiAlN coated carbide in dry sliding against steels and cast iron. *Wear* 2006; 261: 1191–1200.
251. Rodrigues VV, Logan BE. Localized Attraction Correlates with Bacterial Adhesion to Glass and Metal Oxide Substrata. *Environ Sci Technol* 2006; 40: 2983-2988.

252. Hahnel S, Rosentritt M, Handel G, Burgers R. Surface characterization of dental ceramics and initial streptococcal adhesion in vitro. *Dent Mater* 2009; 25: 969-975.
253. Rosentritt M, Hahnel S, Gröger G, Muhlfriedel B, Bürgers R, Handel G. Adhesion of *Streptococcus mutans* to Various Dental Materials in a Laminar Flow Chamber System. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* 2007; 86: 36-44.
254. Thibodeau EA, Handelman SL, Marquis RE. Inhibition and Killing of Oral Bacteria by Silver Ions Generated with Low Intensity Direct Current. *J Dent Res* 1978; 57: 922-926.
255. Shahal Y, Steinberg D, Hirschfeld Z, Bronshteyn M, Kopolovic K. In vitro bacterial adherence onto pellicle-coated aesthetic restorative materials. *J Oral Rehabil* 1998; 25: 52-58.
256. Hannig M, Balz M. Influence of in vivo formed salivary pellicle on enamel erosion. *Caries Res* 1999; 33: 372-379.
257. Van Dijk J, Herkströter F, Busscher H, Weerkamp A, Jansen H. Surface-free energy and bacterial adhesion. An in vivo study in beagle dogs. *J Clin Periodontol* 1987; 14: 300-304
258. Meier R, Hauser-Gerspach I, Lüthy H, Meyer J. Adhesion of oral streptococci to all-ceramics dental restorative materials in vitro. *J Mater Sci: Mater Med* 2008; 19: 3249–3253.
259. Li J, Beres W. Three-dimensional finite element modelling of the scratch test for a TiN coated titanium alloy substrate. *Wear* 2006; 260: 1232-1242.
260. Groover MP. Ceramics In: *Fundamentals of modern manufacturing materials, process, and systems* (4th ed), McDonald M. John Willey&Sons, America: s 136-138. 2010.
261. Zhang K, Zhang K, Li HX, Chen GN. Interface fracture behavior of electroplated coating on metal substrate under compressive strain. *Journal of Materials Processing Technology* 2009; 209: 1337–1341.
262. Im KH, Lee SB, Kim K, Lee YK. Improvement of bonding strength to titanium surface by sol–gel derived hybrid coating of hydroxyapatite and titania by sol–gel process. *Surf Coat Tech* 2007; 202: 1135–1138.

263. Blind O, Klein LH, Dailey B, Jordan L. Characterization of hydroxyapatite films obtained by pulsed-laser deposition on Ti and Ti-6Al-4V substrates. *Dent Mater* 2005; 21: 1017–1024.
264. Rabiei A, Thomas B, Jin C, Narayan R, Cuomo J, Yang Y, et al. A study on functionally graded HA coatings processed using ion beam assisted deposition with in situ heat treatment. *Surf Coat Tech* 2006; 200: 6111-6116.
265. Stallard J, Poulat S, Teer DG. The study of the adhesion of a TiN coating on steel and titanium alloy substrates using a multi-mode scratch tester *Tribology International* 2006; 39: 159-166.
266. PalDey S, Deevi SC. Properties of single layer and gradient (Ti,Al)N coatings. *Materials Science and Engineering A* 2003; 361: 1-8.
267. Derflinger VH, Schütze A, Ante M. Mechanical and structural properties of various alloyed TiAlN -based hard coatings. *Surf Coat Tech* 2006; 200: 4693–4700.
268. Bharati S, Soundrapandian C, Basu D, Datta S. Studies on a novel bioactive glass and composite coating with hydroxyapatite on titanium based alloys: Effect of gamma sterilization on coating. *Journal of the European Ceramic Society* 2009; 29: 2527–2535.
269. Park YG, Wey MY, Hong SI. Enhanced wear and fatigue properties of Ti–6Al–4V alloy modified by plasma carburizing/CrN coating. *J Mater Sci: Mater Med* 2007; 18: 925-931.
270. Park YG, Baek CH, Wey MY. Mechanical Properties and Fatigue Characteristics of CrN Coated Ti-6Al-4V alloy. *Kor J Mater Res* 2002; 12: 669-675.

7. EKLER

EK.1. Etik kurul Raporu


T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
DİŞHEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ DEKANLIĞI
KAYSERİ

FAKÜLTE ARAŞTIRMA ETİK KURULU KARARI

Toplantı Tarihi	Toplantı Sayısı	Karar No	Özü
28.04.2008	3	1	Proje Hakkında

KARAR

Prof. Dr. Bülent KESİM yöneticiliğindeki "Soy Olmayan Dental Alaşımlara Uygulanan Farklı Yüzey Özelliklerine ve Mikrobiyal Yapışmaya Etkisi" adlı proje Araştırma Etik Kurulumuz tarafından incelenmiş ve etik açıdan uygun olduğuna oy birliği ile karar verilmiştir.


Doç. Dr. Tancan UYSAL
(Başkan)

Yrd. Doç. Dr. Erdem KILIÇ
(Başkan Yrd.)

Yrd. Doç. Dr. Servet KESİM

Yrd. Doç. Dr. Burak SAĞSEN

Yrd. Doç. Dr. Yıldray ŞİŞMAN

Yrd. Doç. Dr. Ayşegül GÜRBULAK
İznilü

EK. 2. Bilgilendirilmiş Gönüllü Oluru Formu

BİLGİLENDİRİLMİŞ GÖNÜLLÜ OLURU FORMU

Diş hekimliğinde kullanılan nikel-krom esaslı metal alaşımına uygulanacak yüzey kaplama malzemelerinin bakteri yapışmasına etkilerini araştıracağımız doktora tez çalışmasında insan tükürüğüne ihtiyacımız vardır.

Her hangi bir sistemik rahatsızlığı olmayan, ağızda aktif çürük lezyonu ve dişeti hastalığı bulunmayan, işlem tarihinden 6 ay öncesine kadar antibiyotik kullanmamış 15-30 yaş aralığındaki bireyler gönüllü olarak seçilecektir.

Tükürük toplama işlemi için sabah kahvaltısını takiben dişler fırçalanmalı ve fırçalamayı takiben iki saat süresince hasta herhangi bir şey yememeli ve sigara içmemelidir. Süre sonunda bireye şekersiz sakız çiğnetilerek tükürük salgısının uyarımı gerçekleştirilecektir. Birkaç saniye çiğneme sonucunda oluşan ilk tükürük yutulacaktır. Otuz dakika boyunca çenenin her iki tarafı kullanılarak çiğneme hareketleri yapılacak ve oluşan tükürük steril plastik kabın içerisine tükürme işlemi ile aktarılacaktır. Prosedürün sağlık açısından hiçbir sakıncası yoktur. Çalışmada sizlerden elde edilen özel bilgilerin gizliliği çalışma yöneticisi ve yardımcısının sorumluluğu altındadır ve üçüncü şahıslar ile paylaşılmayacaktır. Çalışma bulgularının tez çalışmasında kullanılması ve uzun dönemde yayınlanması planlanmaktadır.

Yukarıdaki metni okudum. Bunlar hakkında bana yazılı ve sözlü açıklamalar yapıldı. Bu koşullar altında araştırmaya kendi rızamla, hiçbir baskı olmaksızın katılmayı kabul ediyorum.

Gönüllünün

Adı Soyadı:

Adresi:

Telefonu:

İmzası:

Açıklamaları yapan araştırmacının

Adı Soyadı:

İmzası:

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı, Soyadı: Özlem ÇÖLGEÇEN

Uyruğu: Türkiye (TC)

Doğum Tarihi ve Yeri: 4 Aralık 1981, Isparta

Medeni Durumu: Evli

e-mail: ozlemalan@yahoo.com

EĞİTİM

Derece	Kurum	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans	SDÜ Diş Hekimliği Fakültesi	2003
Lise	Antalya Lisesi	1998

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görev
2005-	ERÜ Diş Hekimliği Fakültesi	Doktora Öğrencisi
2006-	ERÜ Diş Hekimliği Fakültesi	Araştırma Görevlisi

YABANCI DİL

İngilizce

YAYINLAR

- Zortuk M, Kesim S, Kaya E, Özbilge H, Kılıç K, **Çölgeçen Ö**. Bacterial Adhesion of Porphyromonas Gingivalis on Provisional Fixed Prosthetic Materials. Dental Research Journal 2010; 7(1): 35-40.
- Çölgeçen Ö**, Zortuk M, Yağcı A, Kesim S. Aşırı Kron Hasarına Uğramış Diş Kökünün Multidisipliner Tedavisi. Selçuk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi 2009;18: 203-207.
- Gürbulak AG, **Çölgeçen Ö**, Kesim B. Fiberle Güçlendirilmiş Adeziv Köprüler. Dicle Dişhekimliği Dergisi 2009; 10(2): 55-62.

BİLDİRİLER

1. **Çölgeçen Ö**, Zortuk M, Yağcı A, Kesim S, Kesim B. Aşırı Kron Harabiyetine Uğramış Diş Kökünün Multidisipliner Tedavisi. 1. Uluslararası Dicle Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Kongresi 8-12 Ekim, 2008, Diyarbakır/Türkiye
2. Zortuk M, Kesim S, Kılıç K, Kaya E, **Çölgeçen Ö**, Özbilge H. Farklı Geçici Kron Maddelerinin Yüzey Pürüzlülüğü ve Porphyromonas Gingivalis Bakteri Adezyonunun İncelenmesi. 10. Ege Bölgesi Diş Hekimleri Odaları Uluslararası Bilimsel Kongre ve Sergisi 28-30 Kasım, 2008, İzmir/Türkiye
3. Leblebicioğlu I, Gümüş HO, Kıraç E, **Çölgeçen Ö**. Fabricating of snoring appliance for an edentulous patient. 88th General Session & Exhibition of the IADR, July 14-17, 2010, Barcelona, Spain
4. **Colgecen O**, Kesim B, Gumus HO, Abay S. Effects of gold-plated alloy on roughness and Streptococcus mutans adhesion. 16th Congress of BASS, April 28-May 1, 2011, Bucharest, Romania
5. **Colgecen O**, Kesim B, Gumus HO, Danisman S, Abay S. Effects of nitride coatings on roughness and Streptococcus mutans adhesion (Oral Presentation). 16th Congress of BASS, April 28- May 1, 2011, Bucharest, Romania
6. Kesim B, **Colgecen O**, Kesmez O, Abay S. Effects of glassy films on roughness and Streptococcus mutans adhesion. 16th Congress of BASS, April 28- May 1, 2011, Bucharest, Romania