T.C.
SAĞLIK BİLİMLERİ ÜNİVERSİTESİ
HAMİDİYE SAĞLIK BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

MONOLİTİK ZİRKONYADA FARKLI SİNTERLEME PROTOKOLLERİ VE YÜZEY PÜRÜZLENDİRME İŞLEMLERİNİN YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ, BİAKSİYAL BÜKÜLME DAYANIMI VE FAZ DÖNÜŞÜMÜNE ETKİSİ

BEDİA SERT

TEZ DANIŞMANI
DOÇ. DR. SİBEL DİKİCİER

PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANA BİLİM DALI
PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ DOKTORA PROGRAMI

DOKTORA TEZİ
ARALIK/2025

İTHAF

Biricik eşime ve kıymetli anne babama ithaf ediyorum.

TEŞEKKÜR

Doktora öğrenimim ve tez çalışmam boyunca bilgi ve tecrübesini cömertçe paylaşan, her aşamada yol gösterici olan değerli danışman hocam Doç. Dr. Sibel DİKİCİER'e,

Doktora eğitimim süresince bilgilerini sakınmadan paylaşan, desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen saygıdeğer hocalarım Prof. Dr. Arzu ATAY ve Dr. Öğr. Üyesi Cumhur KORKMAZ'a,

Bu zorlu süreçte yanımda olan, bilgi ve deneyimlerini paylaşan, beraber çalıştığım her anın keyifli geçmesini sağlayan başta eş kıdemlerim olmak üzere tüm değerli asistan arkadaşlarıma,

Hayatımın her anında sevgi ve desteklerini hissettiren, beni bugünlere getiren kıymetli annem Emine ERDOĞAN ve babam İbrahim ERDOĞAN'a; canım kardeşim Rüçhan ERDOĞAN'a,

Bu süreçte en büyük dayanağım olan, sabır ve anlayışıyla beni destekleyen, hayatıma ışık katan biricik eşim Yusuf Burakhan SERT'e; tüm kalbimle teşekkür ederim.

Çalışmam süresince gerekli teknik desteği sağlayan United Dental Çok Amaçlı Diş Laboratuvarı kurum ve çalışanlarına teşekkür ederim.

Bu tez çalışmasının hazırlanması ve yürütülmesi sürecinde maddi destek sağlayan TÜBİTAK Bilim İnsanı Destek Programları Başkanlığı (BİDEB) 2211-A Yurt İçi Genel Doktora Burs Programı'na teşekkür ederim.

Bu çalışmayı 2025/036 numaralı proje ile destekleyen, Sağlık Bilimleri Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi'ne teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

İTHAF iv
TEŞEKKÜR v
İÇİNDEKİLER vi
TABLOLAR LİSTESİ ix
ŞEKİLLER LİSTESİ x
SİMGELER VE KISALTMALAR xii
ÖZET xv
ABSTRACT xvii
1. GİRİŞ VE AMAÇ 1
2. GENEL BİLGİLER 5
2.1. DENTAL SERAMİK VE DENTAL SERAMİĞİN YAPISI 5
2.2. DENTAL SERAMİĞİN SINIFLANDIRILMASI 5
2.2.1. Seramiklerin Fırınlama Isılarına Göre Sınıflandırılması 5
2.2.2. Seramiklerin İçeriklerine Göre Sınıflandırılması 6
2.2.3. Seramiklerin Mikroyapılarına Göre Sınıflandırılması 6
2.2.3.1. Cam matriks seramikler 7
2.2.3.2. Polikristalin seramikler 8
2.2.3.3. Rezin matriks seramikler 9
2.2.4. Seramiklerin Üretim Tekniklerine Göre Sınıflandırılması 10
2.2.4.1. Geleneksel teknik 10
2.2.4.2. Isı ile presleme tekniği 10
2.2.4.3. Cam infiltrasyon yöntemi 11
2.2.4.4. Kuru presleme yöntemi 11
2.2.4.5. CAD/CAM yöntemi 11
2.3. CAD/CAM SİSTEMLERİNİN RESTORASYONLARIN ÜRETİMİNDE KULLANILMASI 12
2.4. ZİRKONYA SERAMİKLER 12
2.4.1. Zirkonyanın Mikro Yapısı 13
2.4.2. Zirkonyanın Faz Dönüşümü ve Transformasyon Sertleşme Mekanizması 14
2.4.3. Zirkonyanın Düşük Isıda Bozunması 14
2.5. MONOLİTİK ZİRKONYA 15
2.6. ZİRKONYANIN ÜRETİM ŞEKİLLERİNE GÖRE SINIFLANDIRILMASI 16

2.6.1. Sinterlenmemiş Zirkonya....16
2.6.2. Yarı Sinterlenmiş Zirkonya....16
2.6.3. Tam Sinterlenmiş Zirkonya....17
2.7. SİNTERLEME....17
2.7.1. Sinterlenme Koşullarının Zirkonyanın Fiziksel ve Mekanik Özelliklerine Etkisi....18
2.8. ZİRKONYAYA UYGULANAN YÜZEY PÜRÜZLENDİRME İŞLEMLERİ....18
2.8.1. Elmas Döner Aletlerle Pürüzlendirme....19
2.8.2. Kumlama....20
2.8.3. Lazer ile Pürüzlendirme....20
2.8.4. Selektif İnfiltrasyon Etching Yöntemi....21
2.8.5. Plazma Sprey Yöntemi....21
2.8.6. Pirokimyasal Silika Kaplama....21
2.8.7. Tribokimyasal Silika Kaplama....21
2.8.8. Vitrifikasyon Tekniği (Glaze-On)....22
2.8.9. Silika Nanofilm Uygulaması....22
2.9. MATERYAL YÜZEYİNİ İNCELEMEDE KULLANILAN ANALİZ YÖNTEMLERİ....23
2.9.1. Profilometre Analizi....23
2.9.2. Taramalı Elektron Mikroskobu....24
2.9.3. Atomik Kuvvet Mikroskobu....24
2.10. X IŞINLARI DİFRAKSİYON ANALİZİ....25
2.11. TAM SERAMİKLERİN BÜKÜLME DAYANIMINI BELİRLEMEDE KULLANILAN MEKANİK TESTLER....25
2.11.1. Tek Eksenli (Uniaksiyal) Bükülme Testleri....26
2.11.2. İki Eksenli (Biaksiyal) Bükülme Testleri....26
3. GEREÇ VE YÖNTEM....29
3.1. ÖRNEKLERİN HAZIRLANMASI....31
3.2. SİNTERLEME İŞLEMİNİN UYGULANMASI....35
3.3. YÜZEY PÜRÜZLENDİRME İŞLEMLERİNİN UYGULANMASI....39
3.3.1. Kumlama İşlemi....39
3.3.2. Tribokimyasal Silika Kaplama....40
3.3.3. Lazerle Pürüzlendirme....41
3.4. TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU ANALİZİ....44

3.5. YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ ÖLÇÜMLERİNİN YAPILMASI 45
3.6. FAZ DÖNÜŞÜM ANALİZİNİN UYGULANMASI 46
3.7. BİAKSİYAL BÜKÜLME DAYANIM TESTİNİN UYGULANMASI 47
3.8. İSTATİSTİKSEL ANALİZ 49
4. BULGULAR 51
4.1. YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ ANALİZİ BULGULARI 51
4.1.1. Ra Değerleri 51
4.1.2. Rz Değerleri 56
4.2. BÜKÜLME DAYANIMI BULGULARI 61
4.3. XRD ANALİZİ BULGULARI 67
4.3.1. XRD Analizine Göre Faz İçerik Oranları 67
4.3.2. XRD Analizine Göre Faz Hacim oranları 71
4.4. SEM ANALİZİ BULGULARI 73
4.4.1. Kontrol Grubu Sem Analizi Bulguları 73
4.4.2. Kumlama Grubu SEM Analizi Bulguları 75
4.4.3. Tribokimyasal Silika Kaplama SEM Analizi Bulguları 77
4.4.4. Lazer ile Pürüzlendirme Grubu SEM Analizi Bulguları 78
5. TARTIŞMA 81
6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER 101
KAYNAKLAR 102

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 2. 1: Zirkonyaya Uygulanan Yüzey Pürüzlendirme İşlemleri 19
Tablo 3. 1: Çalışmada kullanılan materyale ait bilgiler 32
Tablo 3. 2: Çalışmada örneklere uygulanan sinterleme protokolleri 37
Tablo 4. 1: Tüm örneklere ait Ra pürüzlülük verileri (µm) S:Sinterleme P:Pürüzlendirme T.Silika: Tribokimyasal silika 52
Tablo 4. 2: Ra verilerine ait istatistik değerleri (µm) 53
Tablo 4. 3: Ra değerlerine ait ANOVA testi sonuçları 54
Tablo 4. 4: Ra değerlerine ait sinterleme protokolleri Post-hoc karşılaştırması 54
Tablo 4. 5: Ra değerlerine ait yüzey pürüzlendirme Post-Hoc karşılaştırması 55
Tablo 4. 6: Tüm örneklere ait Rz verileri(µm). S: Sinterleme P: Pürüzlendirme T.Silika: Tribokimyasal silika 57
Tablo 4. 7: Rz verilerine ait istatistik sonuçları (µm) 58
Tablo 4. 8: Rz değerleri Kruskal-Wallis test sonuçları 59
Tablo 4. 9: Rz değerleri sinterleme protokolleri Post-Hoc karşılaştırması 59
Tablo 4. 10: Rz değerleri yüzey pürüzlendirme Post-Hoc karşılaştırması 60
Tablo 4. 11: Tüm örneklere ait bükülme dayanımı verileri (MPa) 62
Tablo 4. 12: Bükülme dayanımı verilerine ait istatistik sonuçları (MPa) 63
Tablo 4. 13: Bükülme dayanımı değerleri ANOVA testi sonuçları 65
Tablo 4. 14: Bükülme dayanımı değerleri sinterleme protokolü Post- Hoc karşılaştırması 65
Tablo 4. 15: Bükülme dayanımı değerleri yüzey pürüzlendirme Post-Hoc karşılaştırması 66
Tablo 4. 16: XRD Analizine göre faz içerik verileri.(%) K: Kübik faz. T:Tetragonanal faz. 68
Tablo 4. 17: XRD Analizine göre faz hacim verileri.(%) K:Kübik faz. T:Tetragonal faz .. 72

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2. 1: Çalışmada kullanılan biaksiyal bükülme dayanımı test düzeneği. 28
Şekil 3. 1: Çalışmada kullanılan monolitik zirkonya örneklere uygulanan işlemler.....30
Şekil 3. 2: Çalışmanın iş akış şeması 31
Şekil 3. 3: Çalışmada kullanılan zirkonya materyali. A:Üstten görünüm B:Alttan görünüm 32
Şekil 3. 4: Örneklerin hazırlanan tasarımının CAM yazılımında bloğa yerleştirilmesİ.....33
Şekil 3. 5: Kazıma işlemi yapılan freze cihazı 34
Şekil 3. 6: Kazıma işlemi tamamlanmış bloğun görüntüsü.....34
Şekil 3. 7: Monolitik zirkonya örneğin sinterizasyon öncesi boyutlarının dijital kumpas ile ölçülmesi.....35
Şekil 3. 8: Sinter fırını 36
Şekil 3. 9: Klasik sinterleme protokolüne ait sıcaklık/zaman grafiği.....38
Şekil 3. 10: Orta hız sinterleme protokolüne ait sıcaklık/zaman grafiği 38
Şekil 3. 11: Hızlı sinterleme protokolüne ait sıcaklık/zaman grafiği 39
Şekil 3. 12: Kumlama cihazı 40
Şekil 3. 13: Tribokimyasal silika kaplama cihazı.....40
Şekil 3. 14: Silika partikülleri 41
Şekil 3. 15: Çalışmada kullanılan ER:YAG lazer parametrelerinin cihaz üzerinde görünümü.....42
Şekil 3. 16: Örneklere lazer ile pürüzlendirme yapılması 42
Şekil 3. 17: Tüm işlemler uygulanmış örneklerin gruplarına göre sıralanması. (n=120) 43
Şekil 3. 18:SEM cihazı.....44
Şekil 3. 19: Profilometre cihazı.....45
Şekil 3. 20: XRD cihazı.....47
Şekil 3. 21: Universal test cihazı.....48
Şekil 3. 22: A:Universal test cihazına yerleştirilmiş düzenek. B:Örneğin yerleştirilmesi. ..49
Şekil 4. 1: Ra değerleri aritmetik ortalama değerlerinin karşılaştırmalı grafiği (µm).....55
Şekil 4. 2: Ra değerleri aritmetik ortalama grafiği (µm) TS:Tribokimyasal silika T:Sinterleme protokolü.....56
Şekil 4. 3: Rz değerleri ait aritmetik ortalama değerlerinin karşılaştırmalı grafiği (µm).....60
Şekil 4. 4: Rz değerleri aritmetik ortalama grafiği (µm) T:Sinterleme protokolü 61
Şekil 4. 5: Bükülme dayanımı değerleri aritmetik ortalama saplu kutu grafiği gösterimi (MPa) 64
Şekil 4. 6: Bükülme dayanımı değerleri aritmetik ortalama grafiği (MPa).....64
Şekil 4. 7: Tüm grupların kübik/tetragonal faz içerik oranları grafiği 69
Şekil 4. 8: Klasik sinterleme uygulanan örneklerin faz içeriklerine ait karakteristik pik grafiği.....70
Şekil 4. 9: Orta hız sinterleme uygulanan örneklerin faz içeriklerine ait karakteristik pik grafiği.....70
Şekil 4. 10: Hızlı sinterleme uygulanan örneklerin faz içeirklerine ait karakteristik pik grafiği.....71
Şekil 4. 11: Tüm grupların kübik/tetragonal faz hacim oranları grafiği 73

Şekil 4. 12: Klasik sinterleme kontrol grubu SEM görüntüsü A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme.....74
Şekil 4. 13: Orta sinterleme kontrol grubu SEM görüntüsü. A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme.....74
Şekil 4. 14: Hızlı sinterleme kontrol grubu SEM görüntüsü. A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme.....74
Şekil 4. 15: Klasik sinterleme kumlama grubu SEM görüntüsü A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme.....75
Şekil 4. 16: Orta sinterleme kumlama grubu SEM görüntüsü A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme.....76
Şekil 4. 17: Hızlı sinterleme kumlama grubu SEM görüntüsü A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000X büyütme.....76
Şekil 4. 18: Klasik sinterleme tribokimyasal silika grubu A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme.....77
Şekil 4. 19: Orta sinterleme tribokimyasal silika grubu. A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme.....77
Şekil 4. 20: Hızlı sinterleme tribokimyasal silika grubu. A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme.....78
Şekil 4. 21: Klasik Sinterleme Lazer grubu SEM görüntüsü. A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme.....79
Şekil 4. 22: Orta sinterleme lazer grubu. A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme 79
Şekil 4. 23:Hızlı sinterleme lazer grubu. A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme 79

SİMGELER VE KISALTMALAR

3Y-TZP : %3 mol İtriyum Stabilize Tetragonal Zirkonya Polikristali

4Y-TZP : %4 mol İtriyum Stabilize Tetragonal Zirkonya Polikristali

5Y-TZP : %5 mol İtriyum Stabilize Tetragonal Zirkonya Polikristali

AFM : Atomik Kuvvet Mikroskobu

Al_2O_3 : Alüminyum Oksit

ATZ : Alümina ile Güçlendirilmiş Zirkonya

CAD/CAM : Bilgisayar Destekli Tasarım/Bilgisayar Destekli İmalat

CaO : Kalsiyum Oksit

CeO_2 : Seryum Oksit

COD : Kristalografi Açık Veri Tabanı

DSCF : Duncan's Studentized Comparison Function

ER:YAG : Erbium: Yttrium-Aluminium-Garnet

FSZ : Tam Stabilize Zirkonya

GPa : Gigapaskal

Hz : Hertz

ICDD : Uluslararası Kırınım Verileri Merkezi

ISO : Uluslararası Standardizasyon Örgütü

k : Kübik

m : Monoklinik

MDP : 10-Metakriloiloksidekil Dihidrojen Fosfat

MgO : Magnezyum Oksit

MPa : Megapaskal

Nd:YAG : Neodymium: Yttrium-Aluminium-Garnet

nm : Nanometre

PSZ : Parsiyel Stabilize Zirkonya

Ra : Ortalama Pürüzlülük Yüksekliği

Rpm : En Yüksek Pik Ortalama Yüksekliği

Rz : Yüksek Pik ile Derin Çukur Mesafesi

SEM : Taramalı Elektron Mikroskobu

SIE : Selektif İnfiltrasyon Etching

SPSS : Statistical Package for the Social Sciences

STL : Standard Tessellation Language

t : Tetragonal

TEGDMA : Trietilen Glikol Dimetakrilat

TZP : Tetragonal Zirkonya Polikristali

UDMA : Uretan Dimetakrilat

µm : Mikrometre

W : Watt

X500 **:** 500 kat büyütme

X30000 **:** 30.000 kat büyütme

X50000 **:** 50.000 kat büyütme

XRD **:** X Işınları Difraksiyon Analizi

Y_2O_3 **:** İtriyum Oksit

Y-TZP **:** İtriyum Stabilize Tetragonal Zirkonya Polikristali

Zr **:** Zirkonyum

ZrO_2 **:** Zirkonyum Dioksit

$ZrSiO_2$ **:** Zirkonyum Silikat

ZTA **:** Zirkonya ile Güçlendirilmiş Alümina

MONOLİTİK ZİRKONYADA FARKLI SİNTERLEME PROTOKOLLERİ VE YÜZEY PÜRÜZLENDİRME İŞLEMLERİNİN YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ, BİAKSİYAL BÜKÜLME DAYANIMI VE FAZ DÖNÜŞÜMÜNE ETKİSİ

ÖZET

Amaç: Bu çalışmanın amacı, monolitik zirkonyada farklı sinterleme protokolleri (klasik, orta hız, hızlı) ve yüzey pürüzlendirme işlemlerinin yüzey pürüzlülüğü, biaksiyal bükülme dayanımı ve faz dönüşümüne etkilerini değerlendirmektir.

Gereç ve Yöntem: UPCERA markalı 5YTZ-P monolitik zirkonya bloklarından 120 örnek (12 mm çap, 1.2 mm kalınlık) hazırlanmıştır. Örnekler üç sinterleme protokolüne göre sinterlenip dört gruba ayrılmıştır: kontrol, Al_2O_3 ile kumlama (50 μm, 2 bar), tribokimyasal silika kaplama (30 μm, 2 bar) ve Er:YAG lazer (10 Hz, 2.1 W). Yüzey pürüzlülüğü profilometre ile (Ra, Rz), biaksiyal bükülme dayanımı ISO 6872:2008 standardına göre Universal test cihazı ile ölçülmüştür. 48 örnekte faz dönüşümü XRD ile analiz edilmiştir. Her gruptan birer örneğe SEM analizi uygulanmıştır. Veriler Jamovi ve IBM SPSS ile analiz edilmiştir ($p<0.05$).

Bulgular: Klasik sinterleme en yüksek biaksiyal bükülme dayanımı vermiştir, hızlı sinterleme en düşük değerleri göstermiştir ($p<0.05$). Yüzey pürüzlülüğü (Ra) açısından gruplar yüksekten düşüğe; kumlama, tribokimyasal silika, lazer ve kontrol grubu şeklinde sıralanmıştır ($p<0.001$). Sinterleme protokolü ve yüzey pürüzlendirme arasında etkileşim bulunmamıştır. En yüksek kübik faz oranı Er:YAG lazer (%75.1±1.2) ve kontrol (%74.8±1.4) gruplarında, en düşük kumlama (%69.9±4.0) ve tribokimyasal silika (%70.7±2.4) gruplarında tespit edilmiştir. Monoklinik faza rastlanmamıştır.

Sonuç: Klasik sinterleme biaksiyal bükülme dayanıklılığını olumlu etkilerken, hızlı sinterleme en düşük değerleri vermiştir. Kumlama en yüksek pürüzlülük sağlamış ancak dayanıklılığı olumsuz etkilememiştir. Er:YAG lazer en yüksek bükülme dayanımı ve faz stabilitesi göstermiştir. Kumlama ikinci en yüksek dayanım sağlamış ancak kübik faz oranını

en fazla azaltmıştır. Monoklinik faz tespit edilmemesi 5Y-TZP zirkonyanın yüksek faz stabilitesini göstermektedir.

Anahtar Kelimeler: Biaksiyal bükülme dayanımı, Faz dönüşümü, Monolitik zirkonya, Sinterleme protokolü, Yüzey pürüzlendirme,

THE EFFECTS OF DIFFERENT SINTERING PROGRAMS AND SURFACE ROUGHENING TREATMENTS ON SURFACE ROUGHNESS, BIAXIAL FLEXURAL STRENGTH, AND PHASE TRANSFORMATION OF MONOLITHIC ZIRCONIA

ABSTRACT

Aim: This study evaluated the effects of different sintering protocols (conventional, medium-speed, rapid) and surface roughening treatments (Aluminium oxide sandblasting, tribochemical silica coating, Er:YAG laser) on surface roughness, biaxial flexural strength, and phase transformation in monolithic zirconia.

Materials and Methods: 120 specimens (12 mm in diameter, 1.2 mm in thickness) were prepared from UPCERA 5YTZ-P monolithic zirconia blocks. Specimens were sintered according to three protocols and divided into four groups: control, Al_2O_3 sandblasting (50 μm, 2 bar), tribochemical silica coating (30 μm, 2 bar), and Er:YAG laser (10 Hz, 2.1 W). Surface roughness was measured using PCE-RT 10 profilometer, biaxial flexural strength using three-ball piston test according to ISO 6872:2008. Phase transformation was analyzed using XRD in 48 specimens. Data analysis used jamovi and IBM SPSS ($p<0.05$).

Results: Conventional sintering exhibited highest biaxial flexural strength, rapid sintering showed lowest values ($p<0.05$). Sandblasting achieved highest Ra values, followed by tribochemical silica coating, laser treatment, and control ($p<0.001$). No interaction effect was found between sintering protocol and surface treatments. Highest cubic phase ratio was detected in Er:YAG laser (75.1±1.2%) and control (74.8±1.4%) groups, lowest in sandblasting (69.9±4.0%) and tribochemical silica coating (70.7±2.4%) groups. No monoclinic phase was detected.

Conclusion: Conventional sintering positively affected biaxial flexural strength, while speed sintering yielded the lowest values. Sandblasting provided the highest surface roughness but did not adversely affect the material's strength. Er:YAG laser demonstrated the highest flexural strength and phase stability. Sandblasting provided the second highest

strength but reduced the cubic phase ratio the most. The absence of monoclinic phase detection indicates the high phase stability of 5Y-TZP zirconia.

Keywords: Biaxial flexural strength, Monolithic zirconia, Phase transformation, Sintering protocol, Surface roughening

1. GİRİŞ VE AMAÇ

Dental seramikler, diş hekimliğinde restoratif tedavilerin başarısını belirleyen temel materyallerdir. Seramikler, bir ya da birden çok metal veya yarı metal elementin oksijenle birleşmesiyle oluşan inorganik yapılardır. Bu materyaller, kovalent ve iyonik bağların doğasından kaynaklanan sert ve kırılgan özelliklere sahiptir (1,2). Günümüzde dental seramikler, üstün estetik özellikleri, biyouyumlulukları ve gelişen mekanik dayanımları sayesinde metal destekli restorasyonlara alternatif olarak yaygın şekilde kullanılmaktadır (3,4).

Tam seramik restorasyonlar arasında özellikle zirkonya esaslı materyaller, yüksek mekanik özellikleri ve mükemmel biyouyumluluğu nedeniyle dikkat çekmektedir. Zirkonyum dioksit (ZrO_2), 1960'lı yıllardan itibaren biyomedikal uygulamalarda yaygın olarak kullanılan bir biyomalzemedir (5). Zirkonya, monoklinik (m), tetragonal (t) ve kübik (k) olmak üzere üç allotropik formda bulunur ve oda sıcaklığında saf zirkonya monoklinik fazda stabildir (6,7). Dental uygulamalarda kullanılabilmesi için, saf zirkonyaya kalsiyum oksit (CaO), magnezyum oksit (MgO), seryum oksit (CeO_2) ve yitrium oksit (Y_2O_3) gibi oksitler eklenerek oda sıcaklığında tetragonal veya kübik fazlarda stabilize edilmiştir (8).

Monolitik zirkonyalar, veneer kaplama kullanılmadan üretilen tam anatomik restorasyonlardır (9). Bu materyaller, yttrium ile stabilize edilmeleri nedeniyle yüksek bükülme direnci ve ısısal dayanıklılığa sahiptir (10,11). Monolitik zirkonyalar, kısmi stabilize edilen yttrium yüzdesine göre 3Y-TZP, 4Y-TZP ve 5Y-TZP olarak sınıflandırılmaktadır (12). 5Y-TZP yapısındaki üçüncü nesil zirkonyalar, hem tetragonal hem de %50'den fazla kübik faz içerir ve tam stabilize formda bulunur. Bu nesil, daha yüksek translüsensiye sahip olsa da, mekanik özellikler açısından birinci ve ikinci nesil zirkonyalarla kıyaslandığında daha dayanıksızdır (13).

Zirkonya restorasyonların klinik başarısında sinterleme işlemi kritik bir rol oynamaktadır. Sinterleme, termal enerji kullanarak, birbirine temas eden seramik parçacıklarının kontrollü bir şekilde birleşmesini ve dolayısıyla malzemenin istenilen

mekanik ve estetik özelliklere ulaşmasını sağlar (14). Klasik sinterleme işlemleri, 2 ila 5 saat arasında bekleme süreleri ile 1350°C ile 1550°C arasında bir son sinterleme sıcaklığı gerektirir (7,15). Bu uzun süren sinterleme prosedürleri, tek randevuda hasta başı restorasyonların üretimini sınırlayan bir sorundur (16). Son yıllarda geliştirilen daha kısa süreli sinterleme protokolleri ile sinterleme süreleri önemli ölçüde kısaltılmış ve zirkonya, tek randevulu hasta başı restorasyonlar için uygun bir seçenek haline gelmiştir (15).

Zirkonyanın sinterleme parametrelerindeki farklılıklar, materyalin mikro yapısını doğrudan etkileyerek ışık geçirgenliği ve bükülme dayanımı gibi fiziksel ve mekanik özelliklerinde de değişikliklere yol açmaktadır (16,17). Sinterleme işleminde bekleme sürelerindeki artışın, zirkonyanın tanecik büyüklüğünü artırdığı gözlemlenmiştir. Tanecik boyutlarındaki artış, zirkonyanın stabilitesini azaltarak, materyalin t→m faz dönüşümlerine karşı daha hassas hale gelmesine yol açar (18).

Zirkonya restorasyonların uzun dönem klinik başarısı için bir diğer kritik faktör yüzey pürüzlendirme işlemleridir. Restorasyonların klinik başarısında simantasyon kritik rol oynar (19). Zirkonya seramikler ile rezin simanlar arasında adezyon başarısızlıkları gözlemlenmektedir. Kimyasal olarak stabil ve silika içermeyen zirkonya seramikler, aside karşı dirençli olup, silika bazlı seramiklere uygulanan yüzey işlemleri zirkonya seramikler için uygun değildir (20). Zirkonyaya uygulanan yüzey pürüzlendirme işlemleri arasında alüminyum oksit (Al_2O_3) ile kumlama en yaygın kullanılan yöntemdir (21,22). Bu işlem, genellikle 50-250 µm büyüklüğündeki Al_2O_3 tozlarının 4-6 atmosfer basınç altında kumlama cihazlarıyla püskürtülmesi esasına dayanmaktadır (21). Tribokimyasal silika kaplama yöntemi, alumina partiküllerinin silika ile modifiye edilmesiyle oluşturulan tribokimyasal silika kumun seramik yüzeyine basınçla uygulanması prensibine dayanır (23). Son yıllarda lazer teknolojisinin dental kliniklerde yaygınlaşmasıyla, Er:YAG lazer sisteminin yüzey pürüzlendirme amaçlı kullanımı da giderek artış göstermektedir (24–26). Er:YAG lazeri, 2940 nm dalga boyunun su ve hidroksiapatite olan yüksek affinitesi sayesinde, termal hasar riski olmadan etkili yüzey modifikasyonu imkanı sunmaktadır.

CAD/CAM sistemlerinin gelişmesi ile monolitik zirkonya restorasyonlarının üretimi kolaylaşmış ve bu materyallerin endikasyon alanı genişlemiştir (27). Monolitik zirkonyalar,

zirkonya altyapılı seramiklerin kullanılabileceği durumlara ek olarak yetersiz interokluzal mesafe varlığında, uzun gövdeli köprü restorasyonlarında ve endokuronlarda kullanım alanı bulmaktadır (28). Bu materyallerin avantajları arasında altyapı için kullanılan zirkonyaya göre daha yüksek translusensi göstermeleri, seramik ile zirkonya arasında meydana gelen kopma (chipping) görülmemesi ve minimal preparasyon ile yeterli olmaları sayılabilir (28).

Materyalin değerlendirilmesinde profilometre analizi yüzey pürüzlülüğü için, X-ışını kırınımı (XRD) analizi faz dönüşümleri için ve biaksiyal bükülme testi mekanik özellikler için ISO 6872 standardında tanımlanmış yöntemlerdir (29,30). Profilometre analizinde Ra (ortalama pürüzlülük yüksekliği) ve Rz (yüksek pik ile derin çukur mesafesi) parametreleri yaygın olarak kullanılmaktadır (31). XRD analizi, kristal yapısındaki kafes düzlemleriyle ilişkili kırınım tepe noktalarından oluşan paternler sunarak zirkonyada monoklinik, tetragonal ve kübik faz oranlarının hassas belirlenmesine olanak tanır (32).

Literatürde farklı sinterleme protokolleri ve yüzey pürüzlendirme işlemlerinin zirkonyanın özelliklerine etkisi ayrı ayrı incelenmiş olmasına rağmen, bu faktörlerin kombinasyonunun sistematik olarak değerlendirildiği kapsamlı çalışmalar sınırlıdır. Özellikle 5Y-TZP monolitik zirkonyalarda farklı sinterleme protokolleri ile yüzey işlemlerinin etkileşiminin yüzey pürüzlülüğü, faz dönüşümü ve mekanik özellikler üzerindeki etkisi henüz net olarak ortaya konmamıştır.

Bu çalışmanın amacı, farklı sinterleme protokolleri (klasik, orta hızlı ve hızlı) ile işlenmiş monolitik zirkonya örneklerine uygulanan farklı yüzey pürüzlendirme işlemlerinin (kontrol, kumlama, tribokimyasal silika kaplama ve Er:YAG lazer) yüzey pürüzlülüğü**,** faz dönüşümü ve biaksiyal bükülme dayanımı üzerindeki etkilerini değerlendirmektir. Çalışma, elde edilen veriler doğrultusunda klinik uygulamalarda dayanıklılık ve adezyon açısından en uygun yüzey işlemi ve sinterleme kombinasyonu konusunda rehber olmayı hedeflemektedir.

Çalışma için belirlenen hipotezler şunlardır:

Hipotez 1: Farklı sinterleme protokolleri arasında, monolitik zirkonyanın bükülme dayanımı açısından anlamlı bir farklılık yoktur.

Hipotez 2: Farklı sinterleme protokolleri ve yüzey pürüzlendirme işlemlerinin kombinasyonu monolitik zirkonyanın faz dönüşümünde anlamlı değişikliklere yol açar.

Hipotez 3: Farklı sinterleme protokolleri ve yüzey pürüzlendirme işlemlerinin kombinasyonunda monolitik zirkonyanın yüzey pürüzlülüğünde anlamlı farklılık vardır.

Hipotez 4: Sinterleme protokolü ile yüzey pürüzlendirme yöntemi arasındaki etkileşim, yüzey özellikleri ve mekanik dayanım üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir fark yaratır.

2. GENEL BİLGİLER

2.1. DENTAL SERAMİK VE DENTAL SERAMİĞİN YAPISI

Seramik, bir veya daha fazla metal elementinin, genellikle oksijen gibi bir ametal elementle birleşerek oluşturduğu bileşiktir. "Seramik" terimi, Yunanca "keramikos" kelimesinden türetilmiştir (1,33).

Diş hekimliğinde kullanılan seramik, genellikle %75-85 feldspar, %12-22 kuvars ve %3-5 kaolenden oluşmaktadır. Feldspar, potasyum alüminyum silikat ve albit karışımından oluşur. Bu bileşen, porselenin şeffaflığını artırır ve fırınlama sırasında porselenin şeklinde bozulmaların meydana gelmesini engeller (34). Kuvars, 1700 °C'lik yüksek bir erime noktasına sahiptir ve seramik matrisinde dolgu malzemesi olarak kullanılır. Ayrıca, porselene şeffaf bir görünüm kazandırır ve pişirme işlemi sırasında oluşabilecek büzülmeleri engeller (1,35). Kaolen, alüminyum hidrat silikatı bileşiği olup, genellikle ‘‘Çin kili’’ olarak bilinir. Feldspar ve kuvars ile birlikte bağlayıcı ve opaklaştırıcı ajan olarak kullanılır. Ayrıca, porselen hamuruna elastikiyet kazandırarak işlenmesini kolaylaştırır (36). Seramik bileşimlerinde, ayrıca akışkan ajanlar, cam modifiye bileşikler, oksitler, renk pigmentleri, opaklaştırıcılar ve lüminesan özellik sağlayan ajanlar da yer almaktadır (37).

2.2. DENTAL SERAMİĞİN SINIFLANDIRILMASI

Dental seramikler fırınlama ısılarına, içeriklerine, mikroyapılarına ve üretim tekniklerine göre sınıflandırılmıştır (38).

2.2.1. Seramiklerin Fırınlama Isılarına Göre Sınıflandırılması

Dental porselenler fırınlama ısılarına göre, (33)

- Yüksek ısı seramikleri (1300 °C),
- Orta ısı seramikleri (1101 °C-1300 °C),

- Düşük ısı seramikleri (850 °C-1100 °C),
- Ultra düşük ısı seramikleri (< 850 °C) olarak sınıflandırılmıştır

2.2.2. Seramiklerin İçeriklerine Göre Sınıflandırılması

Metal Destekli Seramikler**:**Metal destekli seramik restorasyonlar, metal alt yapıya mekanik veya kimyasal yollarla bağlanan seramik üst yapıdan meydana gelmektedir (39,40).

Tam Seramikler :Tam seramik restorasyonlar, metal alt yapıya sahip olmayan ve yüksek derecede translusent özellik gösteren materyallerdir. Bu özellikleri nedeniyle estetik bölgelerde tercih edilmektedir (3). Diş etine mükemmel uyum sağlaması, metal destekli seramik sistemlere göre daha düşük ısı ve elektrik iletkenliği sunarak ısı hassasiyetini azaltması ve daha iyi kenar uyumu göstermesi gibi avantajları nedeniyle daha fazla tercih edilmektedir (4). Tam seramik restorasyonlar, monolitik (tek katmanlı) bir materyalden veya seramik bir kaplama ile kaplanmış seramik bir altyapı materyalinden (iki katmanlı) oluşmaktadır (41,42).

2.2.3. Seramiklerin Mikroyapılarına Göre Sınıflandırılması

Conrad ve arkadaşları, tam seramikleri altyapı türlerine göre üç ana grupta incelemişlerdir: Cam seramikler, zirkonya içerikli seramikler ve alümina içerikli seramikler (43). Cam seramikler; lityum disilikat kristalleri ile güçlendirilmiş seramikler, lösit kristalleri ile güçlendirilmiş seramikler ve feldspatik seramikler olmak üzere üç alt gruba ayrılmaktadır. Kelly ve Benetti, dental seramikleri mikroyapılarına göre camsı seramikler, cam infiltre seramikler ve polikristalin seramikler olmak üzere üç grupta sınıflandırmışlardır (44).

Yeni materyallerin keşfiyle birlikte, hibrit seramikler, güçlendirilmiş kompozitler ve rezin nanoseramikler gibi materyallerin yer aldığı güncel bir sınıflandırma oluşturulmuştur. Gracis ve arkadaşları, tam seramik ve tam seramik benzeri materyalleri cam matriks seramikler, polikristalin seramikler ve rezin matriks seramikler olarak üç gruba ayırmışlardır (45).

2.2.3.1. Cam matriks seramikler:

2.2.3.1.a.Feldspatik seramikler: Bu geleneksel seramik grubu, kil/kaolin, kuvars ve feldspardan oluşmaktadır. Bu seramik grubu, estetik restorasyonlar için hala metal altyapı üzerinde ve seramik yüzeylerde veneer materyali olarak kullanılmaktadır (45). CAD/CAM sistemleriyle üretilen feldspatik cam seramik bloklar, inley, onley, laminate veneer ve ön bölgede yapılacak kuronlar için uygundur. Ancak, kırılma dayanımlarının düşük olması nedeniyle köprü ve endokuron gibi restorasyonlarda kullanımları sınırlıdır (43,46).

2.2.3.1.b. Sentetik Seramikler: Seramik üreticileri, hammaddelerin doğal kaynaklarına ve bunların çeşitlerine daha az bağımlı kalmak amacıyla sentetik seramikler üretmişlerdir. Sentetik seramikler, lösit içerikli, fluorapatit içerikli, lityum disilikat ve türevleri gibi üç ana grupta incelenebilir.

- Lösit İçerikli Seramikler**:** Lösit içerikli cam seramikler, metal alt yapının termal genleşmesiyle uyum sağlamak için lösit ve apatit kristalleri içerir (45). Kontrollü kristalizasyonla %35-45 kristal içeriğe sahip bu materyaller, CAD/CAM sistemlerinde kullanılır ve ışık geçirgenliğini koruyarak dayanıklılık artırır. Estetik özellikleri nedeniyle ön bölge kuronları, inley, onley ve laminate veneerlerde tercih edilir (46,47).

- Floroapatit İçerikli Cam Seramikler:Fluorapatit içerikli cam seramiklerle üretilmiş restorasyonlar, yüksek ışık geçirgenliğine sahiptir. Ancak, fluorapatit içerikli cam seramiklerin lityum disilikat seramikle kombine olarak kullanıldığı restorasyonlarda, fluorapatitin düşük çözünürlüğü nedeniyle alt yapı ve veneer materyali arasında çatlak büyümesinin önlenememesi, bu tür materyallerin arka grup dişlerin köprü restorasyonlarında kullanımını sınırlamıştır (43,48).

- Lityumdisilikat İçerikli Cam Seramikler: Lityum disilikat içerikli cam seramikler, cam seramiklerin endikasyon alanını genişletmek amacıyla geliştirilmiştir (47). Kontrollü çekirdeklenme ve kristalizasyonla üretilen bu seramikler, hacim olarak %70 lityum disilikat kristali içerir ve lösit seramiklerden daha yüksek kristal oranına sahiptir. Kristal artışı dayanımı önemli ölçüde artırır ancak opaklığı da yükseltir. Gelişmiş ışık geçirgenliği, iyi

mekanik özellikler ve yüksek silika içeriği güçlü diş bağlanması sağlar. Hem ön hem arka bölge kuronlar, inley, onley ve laminate veneerlerde kullanılır (49,50).

2.2.3.1.c. Cam infiltre seramikler: Alümina (In-Ceram Alumina, Vita, Bad Säckingen, Almanya), alümina ve magnezyum (In-Ceram Spinell, Vita, Bad Säckingen, Almanya), alümina ve zirkonya (In-Ceram Zirconia, Vita, Bad Säckingen, Almanya) olmak üzere üç grupta sınıflandırılabilirler. Bu seramikler, cam infiltrasyon yöntemi ile üretilir. Yüksek opaklık özellikleri nedeniyle genellikle veneer porseleni ile kaplanması gerekmektedir. CAD/CAM teknolojisi ile üretilen restorasyonlarda lityum disilikat içerikli cam seramikler ve zirkonyanın daha yaygın kullanılmasıyla birlikte, cam infiltre seramiklerin tercih edilme oranı zamanla azalmıştır (45).

2.2.3.2. Polikristalin seramikler: Polikristalin seramiklerin ince taneli ve kristalin yapısı, materyalin dayanıklılığını ve kırılma direncini artırırken, aynı zamanda materyalin ışık geçirgenliğini de sınırlar. Bu özellik, seramiğin mekanik gücünü önemli ölçüde artırırken, estetik açıdan ışık geçirgenliğinin azalmasına yol açmaktadır (45). Polikristalin seramiklerin camsı faz içermemesi, hidroflorik asit ile asitleme işlemini zorlaştırır. Bu durum, pürüzlendirme işleminin gerçekleştirilmesi için daha uzun süre ve daha yüksek sıcaklıkların uygulanmasını gerektirir (51). Polikristalin seramikler alümina, stabilize zirkonya, zirkonya ile güçlendirilmiş alümina, alümina ile güçlendirilmiş zirkonyadan oluşur (45).

2.2.3.2.a. Alümina: Alümina seramikler ilk olarak Nobel Biocare firması tarafından 1990' lı yılların ortalarında CAD/CAM sistemleri için üretilmiş, çok yüksek saflık oranında Al_2O_3 (%99,5-%99,9) içeren bir kor materyali olarak tanıtılmıştır (45). Bu materyal, yüksek dayanıklılığa sahiptir ve elastik modülünün 300 GPa olması nedeniyle tüm dental seramikler arasında en yüksek dört değer arasındadır. Ancak, bu özellik alümina seramiklerinin kırılmalara karşı dayanıklılığını sınırlamaktadır (52,53). Kor yapısındaki kırılmaya yatkınlığın yüksek olması ve stabilize zirkonya gibi daha dayanıklı materyallerin geliştirilmesi, alümina seramiklerinin kullanımını azaltmıştır (45).

2.2.3.2.b. Stabilize Zirkonya: Zirkonya, monoklinik, tetragonal ve kübik olmak üzere üç allotropik formda bulunur. Saf zirkonyanın oda sıcaklığında stabilize olabilmesi için kalsiyum oksit, magnezyum oksit, seryum oksit ve yitrium oksit gibi oksitler eklenir. Bu oksitler, zirkonyanın fazlarından birini tamamen ya da kısmi olarak stabilize eder (6). Zirkonya seramikler mikroyapılarına göre tetragonal zirkonya polikristalleri (TZP), tam stabilize zirkonya (FSZ), parsiyel stabilize zirkonya (PSZ) olarak sınıflandırılabilir (54).

2.2.3.2.c. Zirkonya ile Güçlendirilmiş Alümina ve Alümina ile Güçlendirilmiş Zirkonya Zirkonya: Araştırmacılar tetragonal fazın kısmen stabilize olması ve alüminanın orta düzeyde dayanıklılık göstermesi nedeniyle zirkonya ile güçlendirilmiş alümina (ZTA) ve alümina ile güçlendirilmiş zirkonya (ATZ) geliştirmişlerdir (45). Bu materyaller artroplasti uygulamalarında mikro veya nano ölçekteki yapılar için uygundur (55). ZTA'da en az %50 alümina, ATZ'de en az %50 zirkonya bulunur. Son araştırmalar nanopartikül boyutundaki zirkonyanın sinterleme öncesi alümina mikropartiküllerine eklenmesine odaklanmaktadır (56,57). Bu materyallerin avantajları arasında yüksek dayanıklılık, düşük sıcaklık bozunma direnci ve Y-TZP'ye göre iki kat fazla döngüsel yorulma dayanımı sayılabilir (58–60).

2.2.3.3. Rezin matriks seramikler: Rezin matriks seramikler, büyük oranda seramik partikülleriyle dolmuş ve organik bir matriks içeren malzemelerdir. Üreticiler, bu materyallerin kullanım alanlarını oldukça geniş bir yelpazede tanımlamışlardır (45). Rezin matriks seramiklerin üreticiler tarafından geliştirilme sebepleri şu şekilde sıralanabilir:

Geleneksel seramiklerle kıyaslandığında dentine daha yakın elastik modülü sunan bir materyal elde etmek.

Cam matriks seramikler ve polikristalin seramiklerle kıyaslandığında daha kolay işlenebilen ve uyum sağlayabilen bir materyal geliştirmek.

Kompozit rezinlerle tamir ve modifikasyona olanak tanıyacak bir materyal tasarlamak (20).

2.2.3.3.a. Rezin nanoseramikler: Ağırlıkça yaklaşık %80 nanoseramik partikülleri içeren rezin matriks yapıdan oluşur. Aralıklı olarak bulunan 20 nm çapında silika nanopartikülleri, 4 ila 11 nm çapında zirkonya nanopartikülleri ve nanopartiküllere bağlı zirkonya-silika nanopartikülleri, doldurucu partiküller arasındaki boşluğu azaltarak materyalin daha yüksek oranda nanoseramik içermesini sağlar.

2.2.3.3.b. Cam Seramik İçeren Ağsı Rezin Matriks: Bu seramik grubu, feldspatik seramik ve polimer ağ içerir. Üreticiler, bu materyalleri hibrit seramikler olarak da tanımlamaktadır. Polimer infiltre edilmiş cam seramik ağ gözenekli yapıdaki seramik içine polimerin infiltre edilmesiyle oluşturulmaktadır. Bu materyalin geliştirilmesinin ardında, rezin kompozitlerin dentinle daha uyumlu elastik modül değerleri ile seramiklerin üstün estetik özelliklerini birleştirerek daha verimli ve estetik bir çözüm elde etme amacı yatmaktadır (61).

2.2.3.3.c. Zirkonya-silika seramik içeren ağsı rezin matriks: Bu seramik grubu, değişken seramik oranlarının yanı sıra silika, zirkonyum silikat, UDMA (Uretan dimetakrilat), TEGDMA (Trietilen glikol dimetakrilat) gibi organik matriks yapıları içeren materyallerdir. Ayrıca, çeşitli varyasyonlarda doldurucularla zenginleştirilmiş olup, materyalin inorganik bileşenleri ağırlıkça %60'tan fazlasını oluşturur (45).

2.2.4. Seramiklerin Üretim Tekniklerine Göre Sınıflandırılması

2.2.4.1. Geleneksel teknik: Geleneksel yöntemde, seramik tozu su veya su-gliserin karışımı gibi bir sıvı ile karıştırılarak bir kütle elde edilir. Bu kütle, planlanan restorasyonu oluşturmak için platin folyoya, refrakter kalıba veya alt yapıya uygulanır (62). Restorasyon, daha sonra yüksek sıcaklıkta fırınlanarak sertleştirilir. Bu yöntemle üretilen seramiklere örnek olarak ‘‘VM 13’’ ve ‘‘Ceramco 3’’ verilebilir (63).

2.2.4.2. Isı ile presleme tekniği: Restorasyon, döküm metal restorasyonlarının üretiminde kullanılan ‘‘kayıp mum tekniği’’ yapılır. Bu yöntemde, planlanan alt yapı veya restorasyonun mum modeli oluşturulur ve ardından refrakter kalıp malzemesine yerleştirilir

(62). Mum, ısıtılarak kalıptan uzaklaştırıldıktan sonra porselen yüksek sıcaklıkta preslenir. Bu işlemle yapılan restorasyonlar ‘‘preslenebilir seramikler’’ olarak adlandırılır. Isıyla presleme yöntemi kullanılarak, lösit ve lityum disilikat esaslı, yüksek oranda cam seramik içeren restorasyonlar üretilir (47). Presleme tekniği kullanılarak üretilen lösit içerikli seramiklere ‘‘IPS Empress’’; lityum disilikat içerikli seramiklere ise ‘‘IPS e.max Press’’ örnek olarak verilebilir (63).

2.2.4.3. Cam infiltrasyon yöntemi: Alümina kristallerinin su içerisinde süspansiyon halinde bulunup, ısıya dayanıklı alçı üzerine sürülerek fırınlanması işlemi, bu yöntemi tanımlar. Fırınlama sonrasında yoğun bir alümina tabakası oluşur. Bu gözenekli alümina tabakası, içine eritilen cam ile sarılır ve cam infiltrasyonu gerçekleştirilir. Fırınlama sürecinde erimiş cam, partiküller arasındaki boşlukları doldurur, böylece dayanıklı seramikler elde edilir. Bu yönteme örnek olarak ‘‘In-Ceram’’ verilebilir (63).

2.2.4.4. Kuru presleme yöntemi: Bu yöntemle polikristalin (alümina veya zirkonya) esaslı restorasyonlar üretilebilir. Kuru presleme yönteminde, geleneksel yöntemle alınan bir ölçü kullanılarak bir day oluşturulur. Ardından, bu day, bilgisayar destekli tasarım ile büyütülmüş bir kalıbın üretimi için taranır. Kalıp üzerine alümina seramik tozu preslenir. Preslenmiş toz daha sonra ısıl işleme (sinterleme) tabi tutulur ve bu işlem sonunda boyutlarda %12-20 arasında bir küçülme meydana gelir. Bu yönteme örnek olarak ‘‘Procera Alümina’’ ve ‘‘Procera Zirkonya’’ verilebilir (64).

2.2.4.5. CAD/CAM yöntemi: CAD/CAM sistemleri, seramik restorasyonların tasarım ve üretiminin bilgisayar yazılımı aracılığıyla yapıldığı teknolojilerdir ve diş hekimliği alanının önemli bir bileşeni haline gelmiştir (27). CAD/CAM yöntemlerinin avantajları arasında, klinik süreçlerin süresini kısaltması, ağız içi tarama kullanıldığında klinik ile laboratuvar arasındaki çapraz enfeksiyon riskini ortadan kaldırması, klinisyen veya teknisyenin preparasyonu farklı açılardan inceleme olanağı sunması ve hasta başına ölçü hatalarını minimuma indirmesi sayılabilir. Ancak; bu yöntemlerin dezavantajları arasında, makinelerin maliyetlerinin ve bakım masraflarının diğer üretim tekniklerine göre daha yüksek olması yer almaktadır (65).

2.3. CAD/CAM SİSTEMLERİNİN RESTORASYONLARIN ÜRETİMİNDE KULLANILMASI

CAD/CAM sistemleri üç adımda kullanılır: ölçü alma, tasarım ve üretim. Ölçüler geleneksel yöntemle alçı model elde edilerek dijital ortamda taranır veya doğrudan ağız içi tarama ile alınır (66,67). Kullanılan seramikler restorasyonun yerleşeceği bölge, hasta ihtiyaçları ve hekim tercihine göre değişir; feldspatik seramik, lityum disilikat, zirkonya, hibrit seramik gibi çeşitli materyaller mevcuttur (67).

CAD/CAM sistemlerinde kullanılan seramikler, restorasyonun yerleşeceği bölgeye, hastanın ihtiyaçlarına ve hekimin tercihine bağlı olarak değişir. Bu materyaller arasında feldspatik seramik, lösitle güçlendirilmiş seramik, lityum disilikat ile güçlendirilmiş seramik, zirkonya ile güçlendirilmiş lityum silikat seramik, cam infiltre seramik, hibrit seramik, rezin nanoseramik ve rezin matrikse eklenen zirkonya-silika seramikler bulunmaktadır (67).

CAD/CAM sistemleri diş hekimliğinin tüm alanlarında kullanılır. İnlay, onlay ve veneer yapımında yüksek başarı oranları ile tercih edilir (68,69). 3. nesil CEREC sistemleri sanal okluzal ayarlamalar sağlar (27). Ayrıca hareketli tam protezler, (70) ve hareketli parsiyel protezlerin (71) de CAD/CAM sistemleriyle üretilebildiği rapor edilmiştir. Ortodontik tedavi seçenekleri arasında popülerliği gittikçe artan şeffaf plak (72) ve lingual braket sistemlerinin yapımında, (73) ortodontik mini implantların pozisyonlandırılmasında (74); dental implantların yerleştirilmesi için üretilen cerrahi rehberlerin, implant abutmentlarının (75) ve çene yüz protezlerinin (76) üretiminde de CAD/CAM sistemleri aktif olarak rol almaktadır (77).

2.4. ZİRKONYA SERAMİKLER

Zirkonyum, atom numarası 40 ve atom kütlesi 91,224 g/mol olan, periyodik tablonun D grubuna ait bir geçiş elementidir. Oda koşullarında gümüşümsü beyaz renkte olup, "Zr" sembolüyle gösterilir. Hekzagonal kristal yapıya sahiptir. Zirkonyumun bilinen formları arasında zirkonyum silikat ($ZrSiO_2$) ve zirkonyum oksit (ZrO_2) bulunur. Zirkonyum silikat,

aynı zamanda "zirkon" olarak da bilinirken, zirkonyum oksit ise "zirkonya", "zirkonyum dioksit" ve "badeleyit" gibi adlarla anılmaktadır (6).

Zirkonya ya da zirkonyum dioksit, 1960'lı yıllardan itibaren biyomedikal uygulamalarda yaygın olarak kullanılan bir biyomalzemedir. Dental seramikler arasında camsı faz içermeyen ve yaklaşık %96 oranında kristal içeriği bulunan bir materyal olarak öne çıkar. Zirkonya, üstün mekanik ve estetik özellikleri sayesinde diş hekimliğinde kron-köprü (hem alt yapıda hem de monolitik), inley-onley (monolitik) restorasyonları, post, implant ve abutment gibi çeşitli uygulamalarda sıkça tercih edilmektedir (5).

Zirkonyanın avantajları yüksek mekanik özellikler, mükemmel biyouyumluluk, boyutsal stabilite ve konservatif preparasyon imkanı sunarken; dezavantajları arasında bağlanma problemleri, karşıt diş aşınması, faz dönüşümü kaynaklı hacim artışı ve düşük ısı bozunması yer almaktadır (78).

2.4.1. Zirkonyanın Mikro Yapısı

Zirkonya monoklinik, tetragonal ve kübik olmak üzere üç allotropik formda bulunur. Saf zirkonya oda sıcaklığında monoklinik fazda olup 1170°C'ye kadar stabil, 1170-2370°C arasında tetragonal, üzerinde kübik fazdadır (6,7). t→m dönüşümü %4 hacim artışına yol açarak büyük çatlaklar oluşturduğundan dental kullanım için uygun değildir (79). Stabilizasyon için CaO, MgO, CeO_2, Y_2O_3 gibi oksitler eklenir (57). Sonraki araştırmalar t→m faz dönüşümünün çatlakları kapatarak kırılma dayanımını artırdığını göstermiştir (8,79). Zirkonya seramikler mikroyapılarına göre FSZ, TZP ve PSZ olarak sınıflandırılır (80). FSZ kübik formdadır ve %8'den fazla Y_2O_3 içerir. Geleneksel Y-TZP'nin optik özelliklerini iyileştirmek için ytria içeriği artırılarak kübik form elde edilir. Kübik taneler izotropik özellik göstererek ışık geçirgenliğini artırır ancak t→m faz dönüşümü sonrası oluşan dönüşüm tokluğu fenomenini göstermez (81). Bu nedenle tam stabilize zirkonya estetik açıdan üstün olsa da mekanik açıdan daha zayıftır (82,83). Y-TZP en yaygın kullanılan tip olup işlenme ve sinterlenme sonrası en yüksek dayanıklılığa sahiptir ve diş hekimliğinde önemli gelişim göstermiştir (16).

2.4.2. Zirkonyanın Faz Dönüşümü ve Transformasyon Sertleşme Mekanizması

Zirkonyanın mekanik, termal ve elektriksel özelliklerinin korunabilmesi için, zirkonyaya stabilize edici olarak MgO, Y_2O_3, CaO ve CeO_2 gibi metal oksitlerin eklenmesiyle, zirkonya oda sıcaklığında tetragonal veya kübik fazlarda stabilize edilmiştir (84,85). Zirkonya, yarı kararlı bir yapıya sahip olduğu için sıcaklık değişimleriyle bir fazdan diğerine geçiş yapabilmektedir. Bu dönüşüm sürecinde, zirkonya materyalinde %3-5 oranında bir hacim artışı meydana gelmektedir (86). Bu hacim artışı, zirkonya materyalinde baskı streslerinin oluşmasına yol açarak, "transformasyon sertleşmesi" adı verilen bir olaya neden olur. Bu süreç, çatlak ilerlemesini yavaşlatır ve dolayısıyla materyalin dayanımını artırır (87). Transformasyon-sertleşme mekanizması, zirkonya seramiklerin kırılma mukavemetini artırırken, aynı zamanda faz bütünlüğünü engelleyebilir. Bu durum, zirkonya restorasyonlarının düşük sıcaklıklarda bozunmaya daha duyarlı hale gelmesine ve yaşlanma sürecinin hızlanmasına neden olabilir (80).

2.4.3. Zirkonyanın Düşük Isıda Bozunması

Zirkonya gibi cam matriks içermeyen polikristalin yapıda seramikler, nem varlığında zamanla yaşlanmaya eğilimlidir. Yapı içindeki tetragonal ve monoklinik fazların sürekli dönüşümü sonucu mekanik özelliklerde bozulma meydana gelir ve bu durum yaşlanma olarak tanımlanır. Yaşlanma, düşük ısı bozunması (Low Temperature Degradation - LTD) olarak bilinir. Bu fenomenin, nem varlığında ve 200°C üzerindeki sıcaklıklarda meydana geldiği tespit edilmiştir (6,7). Yaşlanma fenomenine bağlı hidrotermal bozunma, küçük yüzeysel kusurlarla başlar ve zamanla seramiğin kütlesine doğru yayılır (6,80). Yapı içerisindeki t→m dönüşümü tüm yüzeylere yayıldığında, pürüzlülük artar ve bu durum materyalin mekanik özelliklerini olumsuz etkileyebilir. Yaşlanma fenomeni; hidrotermal değişimlere bağlı olarak gerçekleşebileceği gibi, kumlama, aşındırma, polisaj gibi klinik prosedürler ve yüzey işlemleriyle de tetiklenebilir (81).

Literatürde, zirkonyanın düşük ısıda bozulmasını en aza indirebilmek için silika eklenmesi, çökeltilmiş toz yerine yitriyum kaplama kullanılması, partikül boyutunun

küçültülmesi, stabilizatör içeriğinin arttırılması ve Al_2O_3 eklenmesi gibi çeşitli çözümler önerilmiştir (6,11).

2.5. MONOLİTİK ZİRKONYA

"Monolitik" terimi Yunanca "monolithos" kelimesinden türetilmiş olup "tek taş" anlamına gelir. Veneer kaplama kullanılmadan üretilen tam kuronlar, cam seramikler ve zirkonya kuronlar monolitik restorasyonlara örnektir (9).

Monolitik zirkonyalar, yttrium ile stabilize edilmeleri nedeniyle yüksek bükülme direnci ve ısısal dayanıklılığa sahiptir. Atomların birbirlerine geçerek oluşturdukları yapı, 0.5 mm interoklüzal mesafede bile kullanım imkanı sunar (10,88). CAD/CAM sistemlerinin gelişmesi monolitik zirkonya restorasyonlarının üretimini mümkün kılmıştır. Rutin kullanım için mekanik özelliklerin yanı sıra ışık geçirgenliği ve renk stabilitesinin korunması önemlidir (9). Monolitik zirkonyanın karşıt dişlerdeki aşındırması konusunda farklı sonuçlar elde edilmiştir. Glazür uygulaması ile aşınma seviyesi azaltılabilir (27). Monolitik zirkonya kronlarda okluzal ve aksiyel kalınlığın en az 0.5 mm olması önerilir (89). Partikül boyutları 0.2-0.8 μm aralığındadır. Translusensi artırımı için tanecik boyutu büyütülür ancak bu hidrotermal bozunmaya hassasiyeti artırır (90,91).

Kübik yapıda zirkonya daha iyi ışık geçirgenliği sağlar ancak t→m faz dönüşümü fenomeni göstermediği için mekanik açıdan zayıftır (92). Monolitik zirkonya blokları monokrom veya multilayered olarak üretilir. Multilayered bloklar doğal dişe benzer renk ve ışık geçirgenliği sunar (9). Monolitik zirkonyalar yttrium yüzdesine göre 3Y-TZP, 4Y-TZP ve 5Y-TZP olarak sınıflandırılır. 3Y-TZP %85-90 tetragonal faz içerir ve yüksek mekanik özellikler sergiler (12). İkinci nesil zirkonyalarda Al_2O_3 azaltılarak translusensi artırılmış ve hidrotermal dayanıklılık iyileştirilmiştir (9). 5Y-TZP üçüncü nesil zirkonyalar %50'den fazla kübik faz içerir ve daha yüksek translüsensiye sahip ancak mekanik açıdan daha zayıftır (13).

Monolitik zirkonyalar yetersiz interokluzal mesafe, uzun gövdeli köprüler, endokuronlar, inley/onleyler ve implantüstü restorasyonlarda endikedir. Avantajları yüksek

translusensi, chipping görülmemesi, minimal preparasyon ve yüksek biyouyumluluk iken; dezavantajları yüksek maliyet, zor laboratuvar aşamaları ve tamir imkansızlığıdır (28).

2.6. ZİRKONYANIN ÜRETİM ŞEKİLLERİNE GÖRE SINIFLANDIRILMASI

Zirkonya üretim protokolü, CAD/CAM sistemleri kullanılarak blokların tasarlanıp, frezeleme işleminin ardından sinterlenmesi süreçlerini içermektedir. Diş hekimliğinde yaygın olarak kullanılan zirkonya bloklar, üretim ağında farklı formlarda üretilir. Üretim aşamasında kullanılan yöntemler, zirkonyanın partikül boyutunu, yapısındaki porozite oranını ve mikro çatlakların dağılımını etkileyerek, materyalin mekanik özelliklerini doğrudan etkileyebilir. Üretim şekillerine göre zirkonya blokların hazırlanışı, üç farklı kategoride incelenmektedir: Green Stage (sinterlenmemiş) zirkonya, yarı sinterlenmiş zirkonya ve tam sinterlenmiş zirkonya (93).

2.6.1. Sinterlenmemiş Zirkonya

Üretim sırasında Y-TZP tozları, özel bağlayıcılarla karıştırılarak ısı uygulamaksızın yalnızca basınçla sıkıştırılmak suretiyle hazırlanır. Bu işlemle elde edilen bloklar, tebeşir gibi yumuşak olup kolayca işlenebilir. Bu özellik, aşındırma işlemlerinin oldukça hızlı bir şekilde yapılabilmesine olanak tanır. Kuru ortamda, elmas ve tungsten frezlerle şekillendirme işlemi yapılabilir (dry-grinding). Aşındırma işlemi tamamlandıktan sonra, restorasyona sinterleme işlemi uygulanır (7). Sinterleme aşamasında, oluşabilecek büzülmeyi tolere edebilmek amacıyla restorasyonlar, istenen son boyutlardan %20-25 oranında daha büyük hazırlanır. Sinterleme sonrasında, sinterlenmemiş poröz yapıya sahip zirkonya, yaklaşık %20-30 oranında büzülerek daha yoğun ve dayanıklı bir yapı haline gelir (94,95).

2.6.2. Yarı Sinterlenmiş Zirkonya

Ham zirkonya materyali, 500°C sıcaklıkta 30 dakika süreyle sinterlendiğinde yarı sinterlenmiş zirkonya bloklar elde edilir. Bu bloklar, yaklaşık %40 oranında bir yoğunluğa sahiptir. Ancak, sinterleme prosedürü tam olarak gerçekleşmediğinden yapı daha yoğun hale

gelmeden oldukça porözlü olur ve bu durum mekanik özelliklerin zayıflamasına yol açar. (93) Sinterleme işlemi görmemiş bloklar, CAD/CAM sistemleri kullanılarak su soğutması altında "green20 machining" olarak adlandırılan "ham şekillendirme" işlemine tabi tutulmaktadır. Bu işlem, elmas ve karbid frezlerle gerçekleştirilir. Frezeleme işlemi sonrasında, restorasyonlar normalden daha büyük boyutlarda hazırlanır ve 1000°C'de büzülme başlar. En yüksek sinterleme ısısı, üreticiye bağlı olarak farklılık göstermekle birlikte, genellikle 2-5 saat süreyle uygulanır. Uygulama sıcaklığı ise 1350°C ile 1550°C arasında değişir (7).

Böylece elde edilen yapı, daha dayanıklı ve yoğun hale gelebilmektedir. Tam sinterlemeye tabi tutulmuş zirkonya bloklarla karşılaştırıldığında, daha kısa sürede ve daha düşük maliyetle hazırlanabilmeleri, ayrıca özel solüsyonlarla renklenebilme özellikleri, bu blokların avantajları arasında sayılmaktadır (94).

2.6.3. Tam Sinterlenmiş Zirkonya

Tam sinterlenmiş zirkonya bloklar, 1300°C'de %95 yoğunluğa ulaştıktan sonra 1350-1550°C'de argon gazıyla işlenir ve %99 yoğunluğa çıkar (96). Frezeleme işlemi sinterleme sonrası yapılır çünkü büzülme tamamlanmıştır. Sert yapı özel ekipman gerektirir ve işlem uzun sürer (7). Aşındırma zorluğu mekanik özellikleri olumsuz etkileyebilir ancak büzülme olmaması boyutsal stabilite avantajı sağlar (97).

Modelajın gerçek boyutlarda hazırlanması doğru ölçü ve uyum sağlar (97). Sinterlenmiş zirkonya üzerinde işlem yapılması tetragonal-monoklinik faz dönüşümü ve mikro çatlaklar oluşturarak dayanıklılığı düşürebilir (98,99).

2.7. SİNTERLEME

Dental seramiklerin mikroyapısının istenilen özelliklere ulaşabilmesi için uygulanan ısıl işlemler arasında sinterleme en önemli yöntemdir. Sinterleme, termal enerji kullanarak, birbirine temas eden seramik parçacıklarının kontrollü bir şekilde birleşmesini ve dolayısıyla malzemenin istenilen mekanik ve estetik özelliklere ulaşmasını sağlar (14). Zirkonyanın sinterlenmesi için çeşitli yöntemler geliştirilmiştir. Bu yöntemler arasında indüksiyonla

sinterleme, mikrodalga ile sinterleme, plazma sinterleme, lazer sinterleme ve deşarj sinterleme gibi farklı teknikler bulunmaktadır. Bu yöntemlerin her biri, zirkonya seramiklerinin istenilen fiziksel ve mekanik özelliklere ulaşabilmesi için farklı ısıl işlem koşulları ve teknolojiler kullanır (100).

2.7.1. Sinterlenme Koşullarının Zirkonyanın Fiziksel ve Mekanik Özelliklerine Etkisi

Dayanıklı zirkonya seramiği için sinterleme koşulları kritiktir (101). Konvansiyonel 3Y-TZP'nin uzun sinterleme süreleri tek randevu restorasyonları sınırlar (16). Y-TZP sinterleme süreci yavaş ısıtma-soğutma (5-10°C/dk) ve uzun bekleme gerektirdiğinden zaman alıcıdır (15). Klasik sinterleme 2-5 saat bekleme ve 1350-1550°C sıcaklık gerektirir, bu da en az iki randevu zorunluluğu yaratır. Kısa süreli protokollerle tek randevu uygulamaları mümkün hale gelmiştir (7,15).

Sinterleme parametreleri materyalin mikro yapısını etkileyerek ışık geçirgenliği ve bükülme dayanımını değiştirir (16,17). Küçük tanecikler bükülme dayanımını artırır (9,92). Sinterleme süresindeki artış tanecik büyüklüğünü artırarak zirkonyanın stabilitesini azaltır ve t→m faz dönüşümlerine hassasiyeti yükseltir (18). 1600°C'ye kadar sıcaklık artışı büyük tanecik boyutu verir, üzerinde dayanım azalır (102). Günümüzde 30 dakikalık kısa sinterleme fırınları mevcuttur ve elektromanyetik indüksiyon teknolojileri kullanılır (103).

2.8. ZİRKONYAYA UYGULANAN YÜZEY PÜRÜZLENDİRME İŞLEMLERİ

Restorasyonların klinik başarısında simantasyon kritik rol oynar. Simantasyonun başarısı retansiyon, dayanıklılık ve marjinal sızdırmazlığı doğrudan etkiler (19). Adezyon, seramik, diş yapısı ve yapıştırma ajanı arasındaki bağlantıyı sağlayan en önemli faktördür (104). Adeziv simantasyon kimyasal ve mikromekanik bağlarla restorasyonun dişe adezyonunu sağlar ve bağlanma gücünü artırarak mikro sızıntı riskini azaltır (105). Zirkonya seramikler ile rezin simanlar arasında adezyon başarısızlıkları gözlenir. Kimyasal olarak stabil ve silika içermeyen zirkonyalar aside dirençli olup silika bazlı seramiklere uygulanan

yüzey işlemleri uygun değildir (20). Zirkonyaya uygulanan yüzey pürüzlendirme işlemleri Tablo 2.1'de gösterilmiştir.

Tablo 2. 1: Zirkonyaya Uygulanan Yüzey Pürüzlendirme İşlemleri

Yüzey İşlemi	Mekanik	Kimyasal	Mekanik+Kimyasal
Elmas döner aletle pürüzlendirme	x		
Kumlama	x		
Asitle pürüzlendirme	x		
Lazerle pürüzlendirme	x		
SIE yöntemi			x
Plazma sprey yöntemi	x		
Pirokimyasal silika kaplama			x
Tribokimyasal silika kaplama			x
Vitrifikasyon tekniği (Glaze-On)			x
Silika nanofilm uygulaması		x	

2.8.1. Elmas Döner Aletlerle Pürüzlendirme

Zirkonya seramiklerinin yüzeyini mekanik olarak pürüzlendirmek amacıyla kalın grene sahip elmas frezler kullanılabilir. Bu işlemle materyalin yüzeyi aşındırıldığında, yüzeyin topografyası, pürüzlülüğü ve enerjisi değişir (106). Uygulanan frezlerin tane boyutları, uygulama basıncı, süresi ve hızı yüzey pürüzlülüğünü etkileyen önemli faktörlerdir (107).

2.8.2. Kumlama

Kumlama işlemi, restoratif materyallerin yüzeylerini temizlemek ve bağlantı yüzeyini artırarak mikromekanik bağlantıyı sağlamak için sıklıkla tercih edilir. Bu işlem, genellikle 50–250 μm büyüklüğündeki Al_2O_3 tozlarının 4-6 atmosfer basınç altında kumlama cihazlarıyla püskürtülmesi esasına dayanmaktadır (21). Bu işlem sayesinde aktive olan yüzeyde, uygulanacak materyalin ıslanabilirliği artar. Aluminyum oksit partiküllerinin büyüklüğü, uygulama süresi, basınç ve cihazın açısı gibi faktörler, kumlama işleminin etkinliğini etkileyebilir (22).

2.8.3. Lazer ile Pürüzlendirme

Lazer cihazları, çeşitli frekanslardaki ışığı görünür kromatik ışına dönüştürür. Lazer ışığı, elde edilme yöntemleri sayesinde diğer ışıklardan farklı özelliklere sahiptir. Lazer ışınının özellikleri arasında monokromatik (tek renkli) ve doğrusal (collimated) olması, fotonların aynı fazda ışık oluşturması (koherans) bulunur. Bu özellikler sayesinde lazer ışınları güçlü ve aynı zamanda kontrol edilebilir niteliktedir. Tek renkli olması, lazer ışığının tıp ve diş hekimliğinde kullanımını mümkün kılan önemli bir özelliktir (108).

Son yıllarda, seramiklerin yüzey işlemlerinde lazerle pürüzlendirme tekniği giderek daha yaygın hale gelmiştir. Yapılan araştırmalar, Neodmium: Yttrium-Aluminium-Garnet (Nd:YAG) ve Erbium: Yttrium-Aluminium-Garnet (Er:YAG) lazerlerinin seramik yüzeylerinde etkin şekilde kullanılabileceğini ortaya koymuştur. Er:YAG lazeri, kavite hazırlığı ve çürük diş dokusunun temizlenmesi gibi farklı klinik uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır (24–26).

Zirkonya seramik yüzeyine lazer işlemi uygulanarak mekanik olarak yüzey pürüzlülüğü elde edilmesi ve bu sayede bağlanmanın artırılması amaçlanmış ve bu doğrultuda çeşitli çalışmalar yapılmıştır. Zirkonya seramikler, diş dokusu gibi su içermediği için lazerin bu materyaller üzerindeki etki mekanizması farklıdır. Lazer enerjisi, zirkonya seramiği yüzeyine uygulandığında, enerji materyal tarafından absorbe edilir, yüzeydeki materyal erir ve ardından tekrar sertleşir. Bu süreç sonucunda zirkonya seramiklerin yüzey

topografyasındaki değişiklikler, yüzeyde mikroretantif alanların oluşmasına olanak tanır (109).

2.8.4. Selektif İnfiltrasyon Etching Yöntemi

Selektif İnfiltrasyon Etching (SIE) yöntemi, zirkonya yüzeylerinde nano pöröz alanlar oluşturarak adeziv bağlantısını artıran yeni bir tekniktir. %65 silika, %15 alümina, %10 sodyum oksit, %5 potasyum oksit ve %5 titanyum oksit içeren cam infiltrasyon ajanı kullanılır. Camsı geçiş sıcaklığında cam eriyerek zirkonya yüzeyine dağılır ve gren sınırlarını değiştirir. Asit uygulaması sonrası cam uzaklaştırılarak nano pöröziteler oluşur ve rezin siman bu alanlara sızarak güçlü bağlanma sağlar (110).

2.8.5. Plazma Sprey Yöntemi

Plazma sprey, elektron, atom ve nötral parçacıklardan oluşan kısmi iyonize gazdır. Yüksek frekanslı jeneratörle iyonize edilerek temizlik ve yüzey aktivasyonu sağlar, materyalin ıslanabilirliğini ve bağlanma özelliklerini geliştirir. Plazma gazı aktif peroksit radikalleri ve zirkonya yüzeyinde CO, COH fonksiyonel gruplarının oluşumunu teşvik eder. Plazma oksiflorür uygulaması 1-3 nm kalınlığında ZrOxFy tabakası oluşturur ve MDP içerikli rezin simanlarla bağlanmayı artırır.

2.8.6. Pirokimyasal Silika Kaplama

Etki mekanizması yüksek sıcaklıktaki silanın kimyasal reaksiyonuyla silikaya dönüşmesi prensibine dayanır. Silicoater Classic, Silicoater MD ve Siloc sistemleri ile yüzey kaplama solüsyonu 150-200°C alevden geçirilerek 0.1-1.0 µm kalınlığında silika kaplanır. Soğuma sonrası silika alana silan uygulanır. Son yıllarda hasta başı uygulama için Silano-Pen geliştirilmiştir (111).

2.8.7. Tribokimyasal Silika Kaplama

Tribokimyasal silika kaplama yöntemi uzun yıllardır rezin siman ile zirkonya arasındaki bağlantı kuvvetini artırmak için kullanılır. Alumina partiküllerinin silika ile

modifiye edilmesiyle oluşturulan tribokimyasal silika kum seramik yüzeyine basınçla uygulanır ve silika tanecikleri yaklaşık 15 µm derinliğe gömülür (23). Bu işlem silanla kimyasal bağ kurabilecek yüzeyler elde eder ve mikromekanik retansiyon sağlar (111). Cojet Sistemi (3M ESPE) klinikte uygulanabilir bir yöntemdir ve Cojet kumu ile silan solüsyonundan oluşur. Silika partiküllerinden oluşan kum zirkonya yüzeyine uygulanıp pürüzlülük oluşturur, silan ile kimyasal aktivasyon sağlanır (112).

CoJet kumu 30 µm Al_2O_3 partiküllerinin silika ile modifiye edilmiş türüdür. 2-3 bar basınç altında 15 saniye püskürtülür, ardından Espe-Sil silan ajanı 5 dakika uygulanarak güçlü kimyasal bağlanma sağlanır (113).

2.8.8. Vitrifikasyon Tekniği (Glaze-On)

Son zamanlarda seramik yüzeyine ince camsı porselen tabakası uygulanması geliştirilmiştir. Bu tabaka yüksek silika içeriği ve amorf matris ile pigmentlerden oluşur ve hidroflorik asit ile aşındırılarak silan uygulanması ile bağlanabilirlik artırılır (114). Hidroflorik asit aşındırması seramik yüzeyindeki düzensizlikleri artırarak temas alanını geliştirir ancak uzun süre uygulandığında camsı tabaka tamamen uzaklaşabilir ve mekanik özellikleri olumsuz etkileyebilir (115). Camsı porselen tabakasının standardizasyonu zordur ve marjinal boşluk artışına yol açabilir, aşındırma süresine bağlı olarak değişken bağlanma dayanımı sonuçları verir (116).

2.8.9. Silika Nanofilm Uygulaması

Bu işlem, plazma işleme (reaktif magnetron püskürtme) yöntemiyle gerçekleştirilir ve silika nanofilm tabakası zirkonya yüzeyine biriktirilir. Bu teknik, homojen bir film tabakası oluşturur ve güçlü kimyasal adezyon sağlanır, bu da restorasyonların uzun vadeli başarısını olumlu yönde etkileyebilir (117)

2.9. MATERYAL YÜZEYİNİ İNCELEMEDE KULLANILAN ANALİZ YÖNTEMLERİ

Diş hekimliğinde, yüzey topografisinin ve pürüzlülüğünün incelenmesi için çeşitli cihazlar kullanılmaktadır. Bu cihazlar, materyalin yüzeyindeki mikro yapıları, pürüzlülük derecesini ve yüzeydeki ince yapıları detaylı bir şekilde analiz etme imkanı sağlar. Kullanılan başlıca cihazlar arasında profilometre, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve atomik kuvvet mikroskobu (AFM) yer almaktadır (118-120).

2.9.1. Profilometre Analizi

Yüzey pürüzlülüğünün ölçülmesinde kullanılan profilometreler, mekanik ve optik profilometre olarak iki ana kategoriye ayrılmaktadır. Mekanik profilometreler, özellikle in-vitro çalışmalarda yüzey pürüzlülüğünü belirlemek amacıyla sıkça tercih edilmektedir. Bu cihazlar, yüzeyin pürüzlülüğünü ölçmek için mekanik bir sistem kullanır. Mekanik profilometrede, sabit doğrusal bir mesafede hareket eden bir elmas uç yüzeyle temas eder ve yüzeyin pürüzlülüğü ölçülür. Uç, yüzeyin yüksekliğindeki değişiklikleri algılar ve dijital bir formda bu verileri kaydeder (31).

Yüzeylerin profilometre analizinde, yüzey pürüzlülüğünü daha iyi tanımlamak ve karşılaştırmalar yapabilmek için çeşitli parametreler kullanılır. Bu parametreler arasında en yaygın olanlar Ra, Rz ve Rpm parametreleridir.

Ra (Ortalamalar Pürüzlülük Yüksekliği): Bu parametre, bir yüzeyin ortalama yüzey pürüzlülüğünü ifade eder. Ra, yüzeydeki pürüzlülüklerin ortalamasını hesaplamak için yüzeyin yüksekliği ve çukurlukları arasındaki farkların toplamının, ölçüm uzunluğuna bölünmesiyle elde edilir. Ra parametresi, yüzeyin pürüzlülük derecesini genellikle kabaca tanımlar.

Rz (Yüksek Pik ile Derin Çukur Mesafesi): Rz, ardışık beş ölçüm uzunluğunda en yüksek pik ile en derin çukur arasındaki mesafenin ortalamasıdır. Bu parametre, yüzeydeki büyük pürüzlülükleri ve daha belirgin çukur ve tepelerin derinliklerini tanımlar. Rz değeri,

yüzeydeki yüksek pürüzlülükleri ve dokunun görünür yapıdaki bozulmalarını değerlendirmek için yaygın olarak kullanılır.

Rpm (En Yüksek Pik Ortalama Yüksekliği): Rpm, yüzeydeki en yüksek pik değerlerinin ortalamasını ifade eder. Bu parametre, özellikle yüzeyin en yüksek çıkıntılarının ne kadar yükseldiğini anlamak için kullanılır. Rpm değeri, yüzeydeki en belirgin pürüzleri gösterir ve yüzeyin çıkıntılı yapısının ne kadar belirgin olduğunu gösterir (31).

2.9.2. Taramalı Elektron Mikroskobu

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi katı cisimlerin mikro yapılarını elektron demeti ile tarayarak değerlendirir (118).

Elektronlar hedef yüzeydeki atomlara çarptığında sekonder elektronlar yayılır ve özel dedektörler tarafından yakalanarak elektrik akımına dönüştürülür. Büyütülen sinyal bilgisayar ekranına aktarılarak yüzeyin küçük detayları yüksek çözünürlükle görüntülenir (119). SEM analizi ile yüzey topografisi, yapı ve bileşenler hakkında bilgi edinilir (120–122).

SEM yüksek çözünürlük ve büyük büyütmelerde görüntü alır, geniş alanları tarama avantajı sağlar. Dezavantajları arasında örneklerin metal tabaka kaplanması gerekliliği ve sadece vakumlu ortamda çalışabilmesi yer alır (120,121).

2.9.3. Atomik Kuvvet Mikroskobu

Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM), materyallerin yüzey pürüzlülüğünü ölçmek, yüzey topografisini incelemek ve yüksek çözünürlükle görüntüler elde etmek için kullanılan bir tekniktir. AFM'nin önemli bir avantajı, vakumlu bir ortama ihtiyaç duymadan çalışabilmesidir. Bu, özellikle sıvı ortamlarda, biyolojik örneklerde ve ıslak koşullarda yapılan analizlerde önemli bir avantaj sağlar. AFM, yüzeydeki atomik düzeydeki pürüzlülüğü ve topografiyi ölçerken, yüzeydeki her bir detayın hassas bir şekilde görüntülenmesini sağlar (121). AFM, örnek hazırlığı gerektirmeyen ve üç boyutlu ölçüm yapabilen bir analiz yöntemidir.

2.10. X IŞINLARI DİFRAKSİYON ANALİZİ

X-ışını kırınımı (XRD), zirkonyum seramiğinin dönüşüm kinetiğini tahribatsız ve kantitatif bir şekilde değerlendirmek için yaygın olarak kullanılan bir analiz yöntemidir. XRD'nin önemli avantajları arasında numunenin tahribatsız incelenmesi, hızlı ve kolay hazırlık yapılabilmesi yer alır. Bu analizle tek kristal yapısına sahip, çoklu ve amorf materyaller de karakterize edilebilmektedir. Zirkonyumun yaşlanma hassasiyetini incelemek için sıklıkla kullanılan bu yöntem, zirkonya polikristali üzerinde yapılan analizle faz dönüşümlerinin detaylı izlenmesine olanak tanır.XRD paterni, kristalin yapısındaki kafes düzlemleriyle ilişkili kırınım tepe noktalarından oluşur. Bu tepe noktaları kristalin iç yapısındaki düzenli düzlemlerden yansıyan X-ışınları sonucu ortaya çıkar ve kafes düzlemi aralıklarına karşılık gelir. Her bir kırınım tepe noktası belirli bir kristal düzlemine karşılık gelir ve materyalin kristal yapısının karakteristik özelliklerini yansıtır.

Kırınım tepe noktaları kristalografik indekslerle eşleştirilir ve materyalin kafes yapısını tanımlar. International Centre for Diffraction Data (ICDD) ve Crystallography Open Database (COD) gibi veri merkezlerinden elde edilen verilerle karşılaştırılarak materyalin kompozisyonu belirlenir ve faz değişimleri izlenir. XRD analizi sayesinde materyalin faz bileşenleri, kristal yapısı ve mikroyapısal özellikleri hakkında kapsamlı bilgiler elde edilir (32).

2.11. TAM SERAMİKLERİN BÜKÜLME DAYANIMINI BELİRLEMEDE KULLANILAN MEKANİK TESTLER

Mekanik özellikler, bir seramiğinin klinik potansiyelini ve sınırlamalarını anlamak için değerlendirilmesi gereken ilk parametredir. Bükülme dayanımı, restorasyonların baskı kuvvetlerine dayanma direncinin bir ölçüsüdür. Yüksek bükülme mukavemetine sahip materyaller, kenar boşluklarında veya kütlede kırılmalara karşı dayanıklı restorasyonlar yapılmasını sağlar. Bu, restorasyonun diğer kısımlarında oluşan çekme kuvvetlerinin küçük olabileceği ve böylece kırılma riskinin azaltılabileceği anlamına gelir (123).

İncelenen materyalin dayanımı ile klinik performans doğrudan ilişkilidir. Farklı testler kullanılarak materyallerin gerilim stresleri belirlenebilmektedir. Uygulanan test yöntemleri materyallerde oluşan gerilmelerin türüne göre değişkenlik gösterir (124).

Seramiklerin bükülme dayanımlarını değerlendirmek amacıyla tek eksenli ve iki eksenli bükülme testleri uygulanır.

ISO tarafından dental seramiklerin dayanıklılık ölçümü için belirlenen ISO 6872 standardı, üç top üzeri piston testi ile seramiklerin bükülme dayanımını ölçmeyi tanımlar. Bu testte, seramik örneği üç nokta arasına yerleştirilir ve bir yük uygulanarak malzemenin bükülme dayanımı değerlendirilir. Bu yöntem, seramiğin yapısal bütünlüğünü ve mukavemetini belirlemek için yaygın olarak kullanılan bir standarttır. Testin yapılmasında dikkat edilmesi gereken faktörler, örneğin boyutları, yükleme hızı ve test ortamının sıcaklığı, malzemenin dayanımını doğru bir şekilde ölçmek için önemlidir (29).

2.11.1. Tek Eksenli (Uniaksiyal) Bükülme Testleri

Eşzamanlı basma, gerilme ve makaslama kuvvetlerinin uygulanabildiği testler, uniaksiyel bükülme direncinin incelenmesi için oldukça etkilidir ve tekrarlanabilir, güvenilir veriler sağlar. Bu tür testlerde, örneğin doğru şekilde yerleştirilmesi ve kuvvetin doğru bir şekilde iletilmesi kritik öneme sahiptir.

Uniaksiyel bükülme direnci testi sırasında, örnekler genellikle iki dayanak üzerine yerleştirilir. Üç nokta bükülme testinde, dikdörtgen şekilli örneğin tam ortasına kuvvet uygulanırken, dört nokta bükülme testinde ise aynı şekle sahip örneğe iki noktadan kuvvet uygulanır. Bu testler, seramik ve diğer malzemelerin bükülme dayanımını anlamak için yaygın bir şekilde kullanılır.

2.11.2. İki Eksenli (Biaksiyal) Bükülme Testleri

Seramik materyallerinin bükülme direncini daha doğru bir şekilde ölçebilmek amacıyla uniaksiyel testlerin alternatifi olarak biaksiyel testler geliştirilmiştir. Biaksiyel bükülme testi, malzemenin her iki eksende de bükülmesini sağlayarak daha gerçekçi yükleme

koşulları oluşturur. Bu testler, dental seramiklerin ağız içindeki doğal ortamını daha iyi simüle eder, çünkü ağızda malzemeler genellikle çok eksenli (çoklu yönden) yüklemelere maruz kalır. Biaksiyel testler, seramiklerin dayanıklılığını daha doğru bir şekilde değerlendirebilmek için tercih edilmektedir (30).

Disk şeklinde hazırlanan test örneklerine, genellikle merkezi bir noktadan kuvvet uygulanır. Aynı zamanda, kuvvet uygulanmayan diğer yüzeyin kenarlarından simetrik olarak karşı kuvvetler oluşturulur. Bu yükleme düzenlemesi, maksimum stresin merkezi yükleme alanında meydana gelmesini sağlar. Bu şekilde, kenar deformasyonlarının sebep olduğu başarısızlıklar minimize edilir. Biaksiyel testlerde uygulanan bu yöntem, malzemenin daha homojen bir şekilde yüklenmesini sağlayarak, daha doğru ve güvenilir sonuçlar elde edilmesine olanak tanır. Kenar deformasyonlarının etkisinin azaltılması, test sonuçlarının doğruluğunu artırarak malzemenin gerçek performansını daha iyi yansıtır (30).

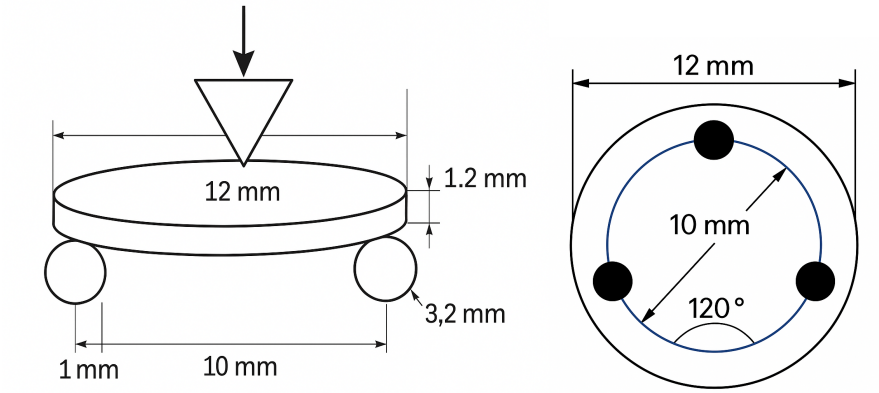
Biaksiyel eğme testleri farklı yöntemler ile uygulanabilir:

1. Çember üzerine çember (ring on ring)

2. Çember üzerine top (ball on ring)

3. Üç top üzeri piston (piston on three balls) (125)

Üç Top Üzeri Piston Testi: Biaksiyal bükülme testinde, test örnekleri genellikle disk şeklinde hazırlanır. Bu örneklerin üzerine kuvvet uygulanırken, üç çelik bilye, örneğin tam ortasına denk gelecek şekilde konumlandırılmalıdır. Test için kullanılan çelik bilyelerin çapı 3,2±0,5 mm olup, bilyeler birbirleriyle 120 derece açıyla yerleştirilir ve bunlar, 10-12 mm çapa sahip bir çember üzerine yerleştirilir. Biaksiyal testin uygulanacağı örnek, bu çelik bilyelerin üzerine, çemberle eş merkezli olacak şekilde yerleştirilir. Ardından, örnek üzerine çapı 1,2-1,6 mm olan düz yüzeyli bir piston ile yükleme yapılır. Bu yöntem, materyalin bükülme dayanımını test ederken yükün örnek üzerinde doğru bir şekilde iletilmesini sağlar ve kenar deformasyonlarının etkisini azaltarak daha doğru sonuçlar elde edilmesini sağlar. Hazırlanmış örneğin kalınlığı 1,2±0,2 mm ve çapı 12-16 mm olmalıdır (126). Çalışmada kullanılan test düzeneği ve örnek geometrisi Şekil 2.1'de şematize edilmiştir.



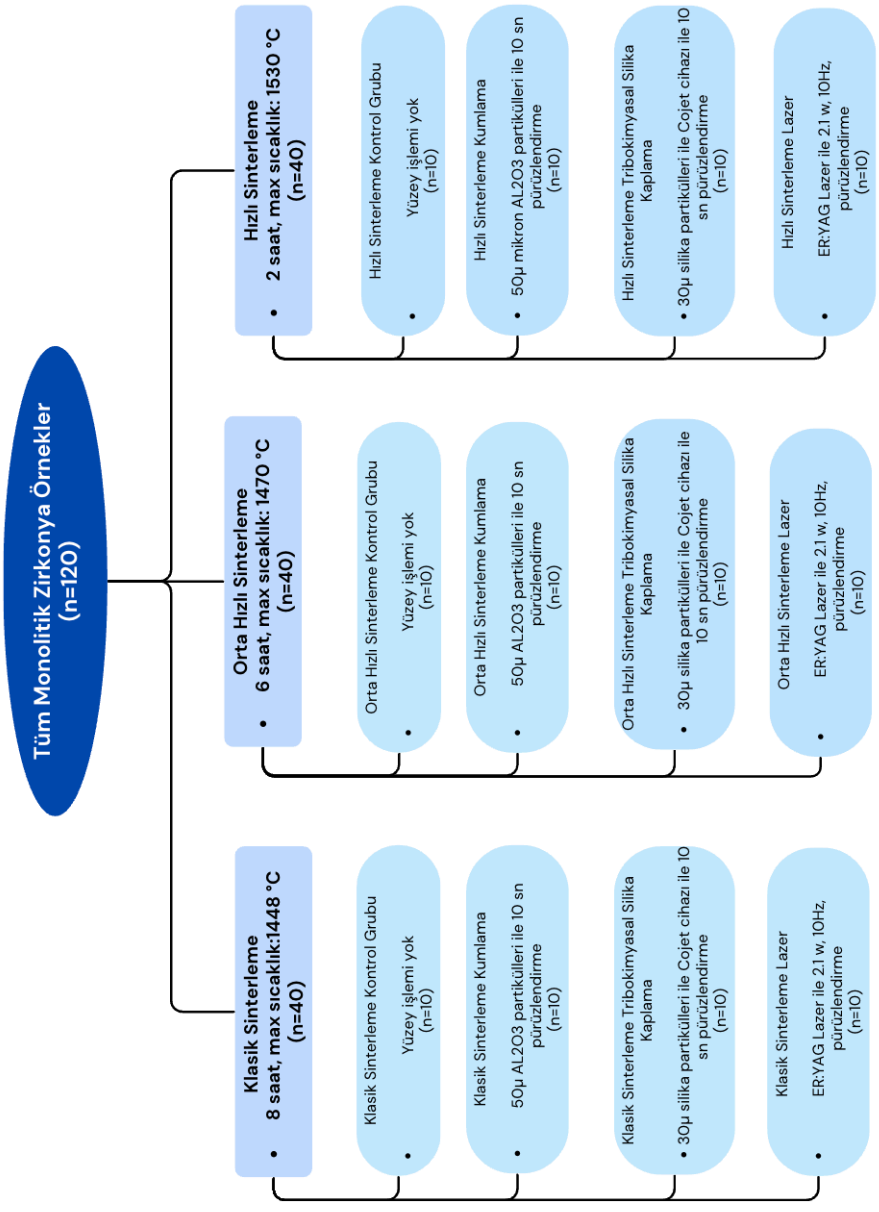
Şekil 2. 1: Çalışmada kullanılan biaksiyal bükülme dayanımı test düzeneği.

Bu çalışmanın amacı, farklı sinterleme protokolleri (klasik, orta hızlı ve hızlı) ile işlenmiş monolitik zirkonya örneklerine uygulanan farklı yüzey pürüzlendirme işlemlerinin (kontrol, kumlama, tribokimyasal silika kaplama ve Er:YAG lazer) yüzey pürüzlülüğü**,** faz dönüşümü **ve** biaksiyal bükülme dayanımı üzerindeki etkilerini değerlendirmektir. Çalışma, elde edilen veriler doğrultusunda hem klinik dayanıklılık hem de adeziv bağlantı açısından en uygun yüzey işlem ve sinterleme kombinasyonunu ortaya koymayı hedeflemektedir.

3. GEREÇ VE YÖNTEM

Bu çalışma için. Gpower (ver.3.1.9.6) kullanılarak " F tests - ANOVA: Repeated measures, within-between interaction" tekniği kullanılarak tek kuyruklu dağılımda orta düzeyde (effect size f=0,25) değişim genişliğinde 0,05 hata 0,95 güç ile toplam 120 örneklem genişliği olarak hesaplanmıştır. Buna göre her alt grupta 10 örnek ile çalışılmıştır.

Disk şeklinde 120 adet monolitik zirkonya örnek rastgele olarak üç farklı gruba ayrılmıştır. Her grup, farklı sinterleme protokollerine uygun şekilde sinterlenmiş ve ardından üç farklı yüzey pürüzlendirme işlemi uygulanmıştır. Uygulanan sinterleme protokollerinin ve yüzey pürüzlendirme işlemlerinin; örneklerin yüzey pürüzlülüğü, biaksiyal bükülme dayanımı ve faz dönüşümü üzerindeki etkileri değerlendirilmiştir. Bahsedilen gruplar şekil 3.1'de, çalışmanın iş akış şeması şekil 3.2'de şematize edilmiştir:



Şekil 3. 1: Çalışmada kullanılan monolitik zirkonya örneklere uygulanan işlemler



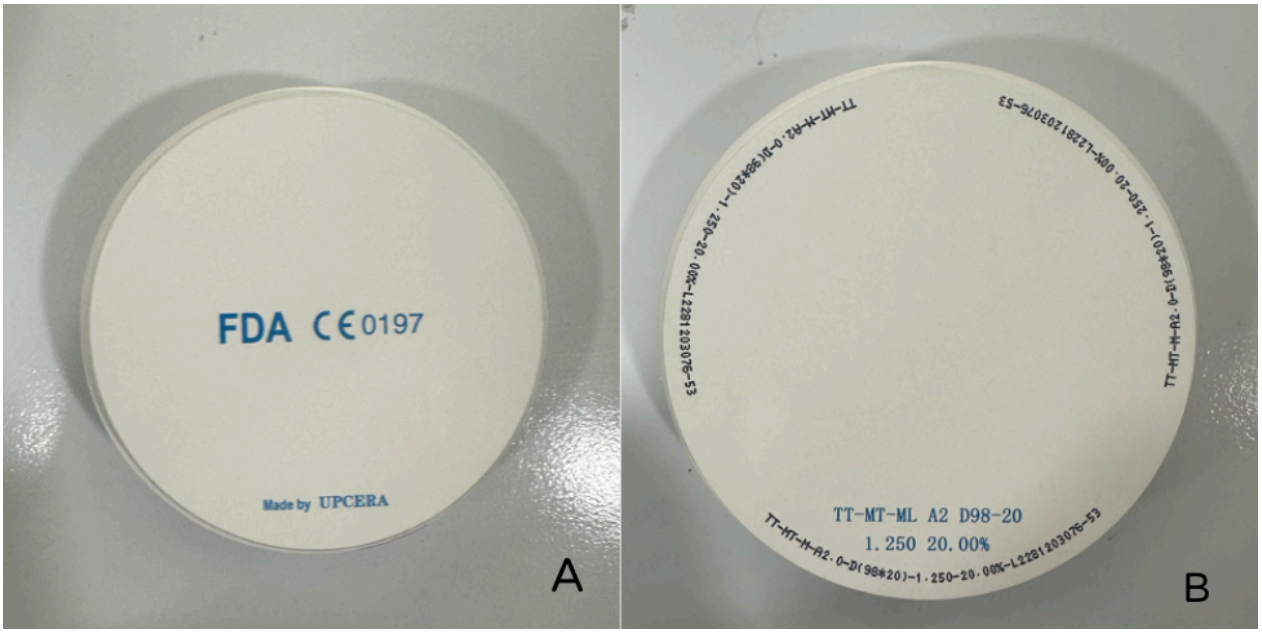
Şekil 3. 2: Çalışmanın iş akış şeması

3.1. ÖRNEKLERİN HAZIRLANMASI

Çalışmada 98 mm çapında, 20 mm kalınlığında, A2 rengine sahip monolitik zirkonya diskleri kullanılmıştır. Kullanılan materyale ilişkin firma ve kimyasal içerik bilgileri Tablo 3.1'de verilmiştir. Kullanılan materyal Şekil 3.3'te verilmiştir.

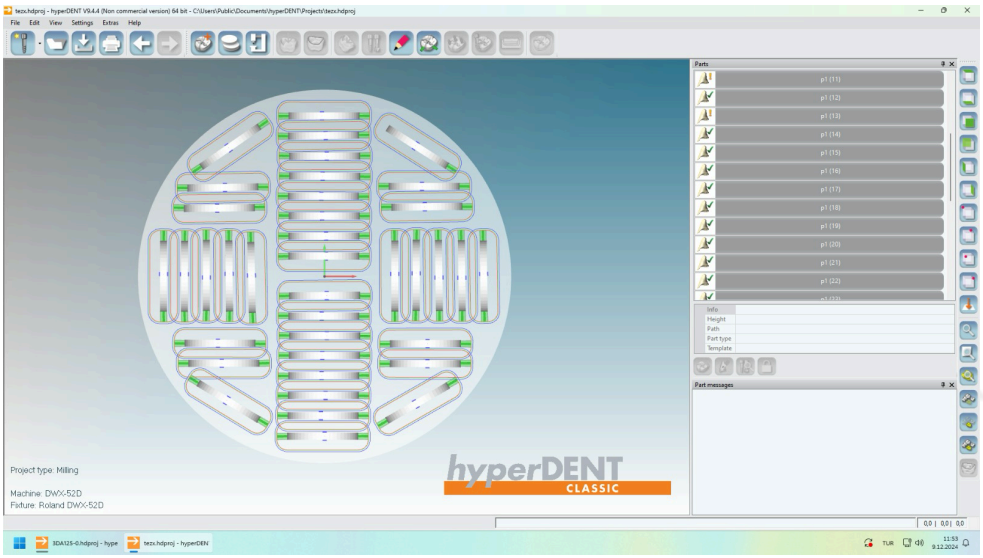
Tablo 3. 1: Çalışmada kullanılan materyale ait bilgiler

Materyal	**Üretici Firma**	**LOT Numarası**	**Kimyasal İçerik**	**Endikasyon**
TT A2 Zirkonyum Disk	UPCERA (Çin)	L2281203076-53	ZrO_2 + HfO_2 + Y_2O_3 : > %96,5 Y_2O_3: %5,8- 9,7 Al_2O_3 : <%0,5 Fe_2O_3: <%0,5 Er_2O_3: <%2 Others oxides :<%0,5	Tam kuron Anterior, posterior 3 üye köprü



Şekil 3. 3: Çalışmada kullanılan zirkonya materyali. A:Üstten görünüm B:Alttan görünüm

Sinterleme sonrası %20lik büzülme oranı göz önünde bulundurularak, nihai boyutları 12 mm çapında ve 1.2 mm kalınlığında olacak şekilde disk şeklinde örnekler tasarlanmıştır. Tasarımın görseli şekil 3.4'te verilmiştir. Bu tasarım, Exocad yazılımı kullanılarak STL (Standard Tessellation Language) formatında hazırlanmıştır. Toplam 120 adet disk şekilli örnek, ticari bir dental laboratuvarın (United Dental, İstanbul, Türkiye) freze cihazına (Roland DG, Japonya) aktarılarak CAD/CAM sistemi ile üretilmiştir. (Şekil 3.5, Şekil 3.6) Üretilen örneklerin sinterleme öncesi boyutları dijital kumpas ile ölçülmüştür. (Şekil 3.7)



Şekil 3. 4: Örneklerin hazırlanan tasarımının CAM yazılımında bloğa yerleştirilmesİ



Şekil 3. 5: Kazıma işlemi yapılan freze cihazı



Şekil 3. 6: Kazıma işlemi tamamlanmış bloğun görüntüsü

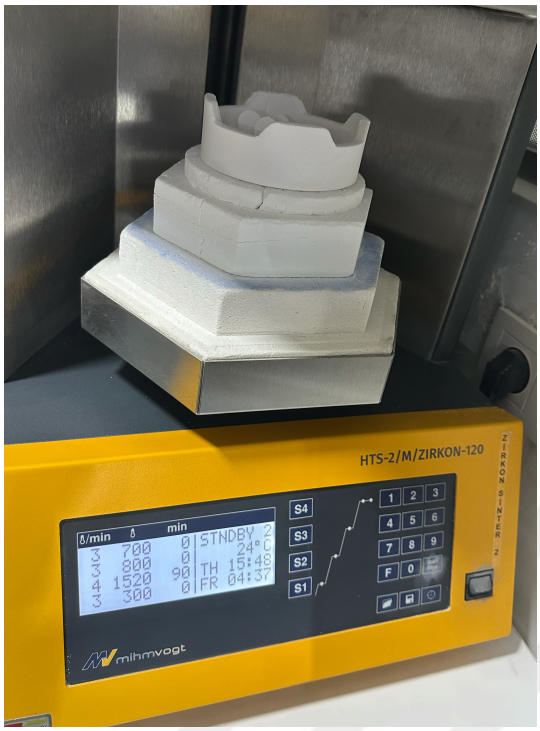


Şekil 3. 7: Monolitik zirkonya örneğin sinterizasyon öncesi boyutlarının dijital kumpas ile ölçülmesi

Elde edilen zirkonya örnekler, bağlantı yerlerinden ayrılarak pürüzsüz bir yüzey elde edilmesi amacıyla 600 grid silikon karbit aşındırma kağıtları (English Abrasive and Chemicals Ltd., Stafford, ABD) ile su altında zımparalanmıştır. Zımparalama işlemi sonrası, örneklerin yüzeyindeki debrislerin giderilmesi için ultrasonik banyoda 15 dakika bekletilmiştir (Ultrasonic Cleaner, Hangzhou, Çin).

3.2. SİNTERLEME İŞLEMİNİN UYGULANMASI

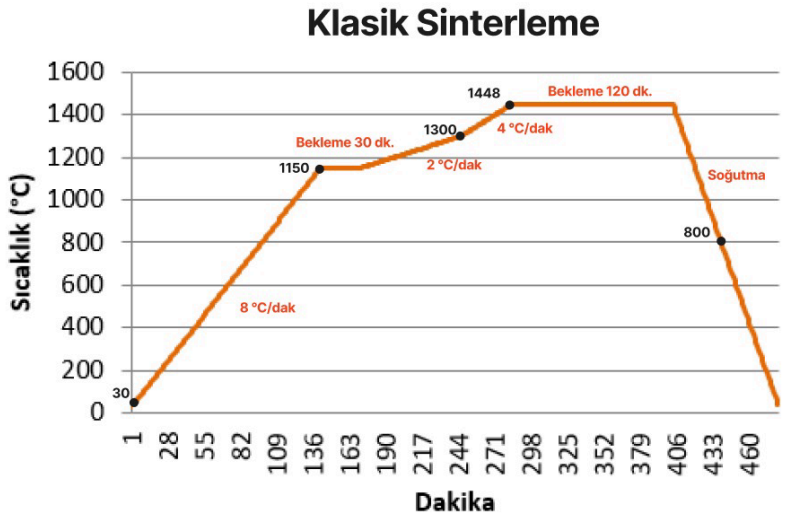
Frezelenmiş, kenar düzensizlikleri giderilmiş 120 adet örnek, rastgele üç gruba ayrılmıştır. Üretici firmanın talimatları doğrultusunda ticari bir dental laboratuvarda bulunan sinterleme cihazında (MIHMVogt, Almanya) (Şekil 3.8), üç farklı protokolde (Klasik, Orta, Hızlı) sinterlenmiştir. Uygulanan sinterleme protokolleri Tablo 3.2'de verilmiştir. Farklı sinterleme protokolleri Şekil 3.9, Şekil 3.10 ve Şekil 3.11'de gösterilmiştir.



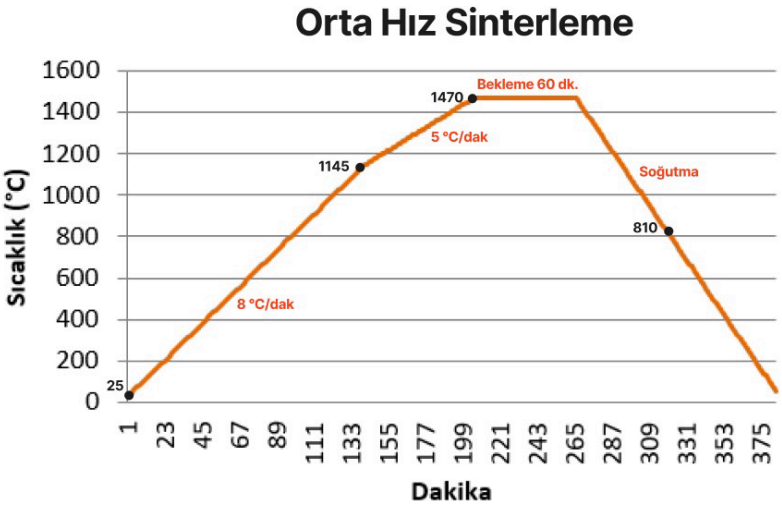
Şekil 3. 9*:* Sinter fırını

Tablo 3. 2: Çalışmada örneklere uygulanan sinterleme protokolleri

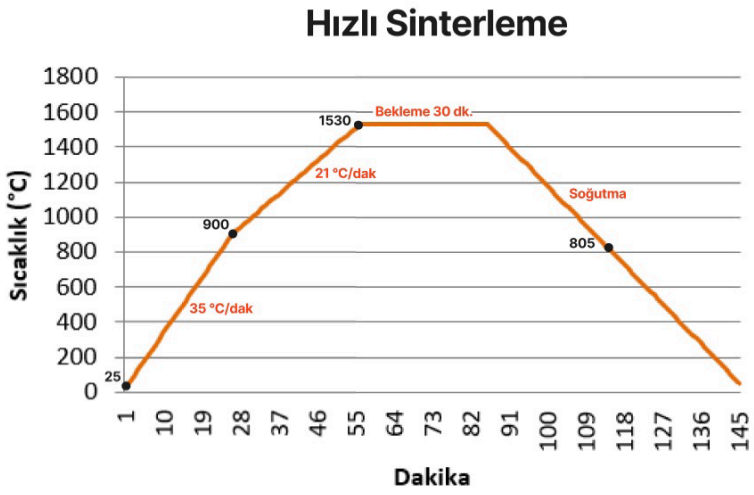
Sinterleme Protokolü	Başlangıç Sıcaklığı (°C)	Bitiş Sıcaklığı (°C)	Isıtma Oranı (°C/dk)	Bekleme Süresi (dk)
Klasik Sinterleme	30	1150	8	0
	1150	1150	0	30
	1150	1300	2	0
	1300	1448	4	0
	1448	1448	0	120
	1448	800	Doğal Soğuma	
Orta Hızlı Sinterleme	25	1145	8	0
	1145	1470	5	0
	1470	1470	0	60
	1470	810	-12	
Hızlı Sinterleme	25	900	35	0
	900	1530	21	0
	1530	1530	0	30
	1530	805	-25	



Şekil 3. 9: Klasik sinterleme protokolüne ait sıcaklık/zaman grafiği



Şekil 3. 10: Orta hız sinterleme protokolüne ait sıcaklık/zaman grafiği



Şekil 3. 11: Hızlı sinterleme protokolüne ait sıcaklık/zaman grafiği

Sinterleme sonrası örneklerin kalınlıkları, dijital kumpas (Mitutoyo, Japonya) ile ölçülmüştür. Sinterleme sonrası örneklerin %20 oranında büzüldüğü gözlemlenmiştir ve nihai çaplarının 12 mm, kalınlıklarının ise 1,2 mm olduğu belirlenmiştir.

3.3. YÜZEY PÜRÜZLENDİRME İŞLEMLERİNİN UYGULANMASI

Her bir sinterleme grubundaki örnekler rastgele dört gruba ayrılmıştır. Bu gruplardan birine hiçbir yüzey işlemi uygulanmamıştır (Kontrol Grubu). Diğer üç gruba ayrı ayrı Al_2O_3 ile kumlama, tribokimyasal silika kaplama ve Er:YAG lazer ile pürüzlendirme işlemleri uygulanmıştır.

3.3.1. Kumlama İşlemi

50 µm partikül boyutuna sahip Al_2O_3 ile kumlama, üretici firmanın talimatları doğrultusunda 2 bar basınç altında, ticari bir dental laboratuvar (United Dental, Türkiye) bünyesindeki kumlama cihazında (Rünt, Almanya) gerçekleştirilmiştir. (Şekil 3.12) Bu işlem, tüm örneklere 10 mm mesafeden, 15 saniye süreyle, aynı araştırmacı tarafından uygulanmıştır.



Şekil 3. 12: Kumlama cihazı

3.3.2. Tribokimyasal Silika Kaplama

Marmara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi bünyesindeki CoJet (3M, ABD) cihazı kullanılmıştır. (Şekil 3.13) 30 µm partikül boyutuna sahip silika tozu kullanılmıştır. (Şekil 3.14) İşlem, aynı araştırmacı tarafından 2 bar basınç altında, 10 mm mesafeden uygulanmıştır.



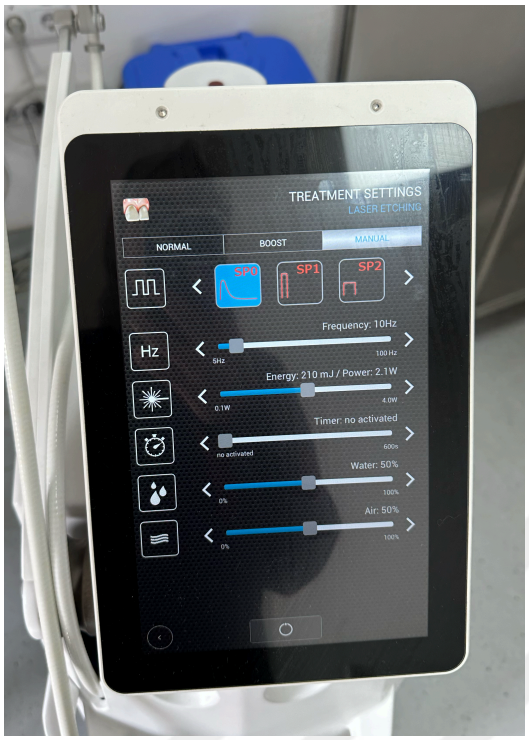
Şekil 3. 13: Tribokimyasal silika kaplama cihazı



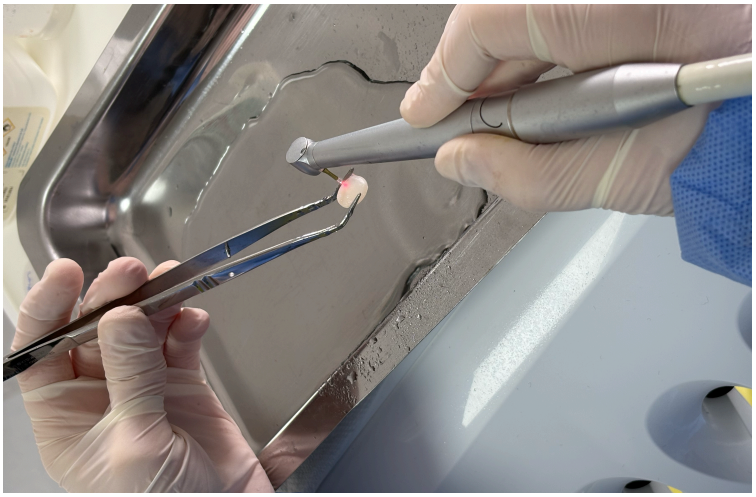
Şekil 3. 14: Silika partikülleri

3.3.3. Lazerle Pürüzlendirme

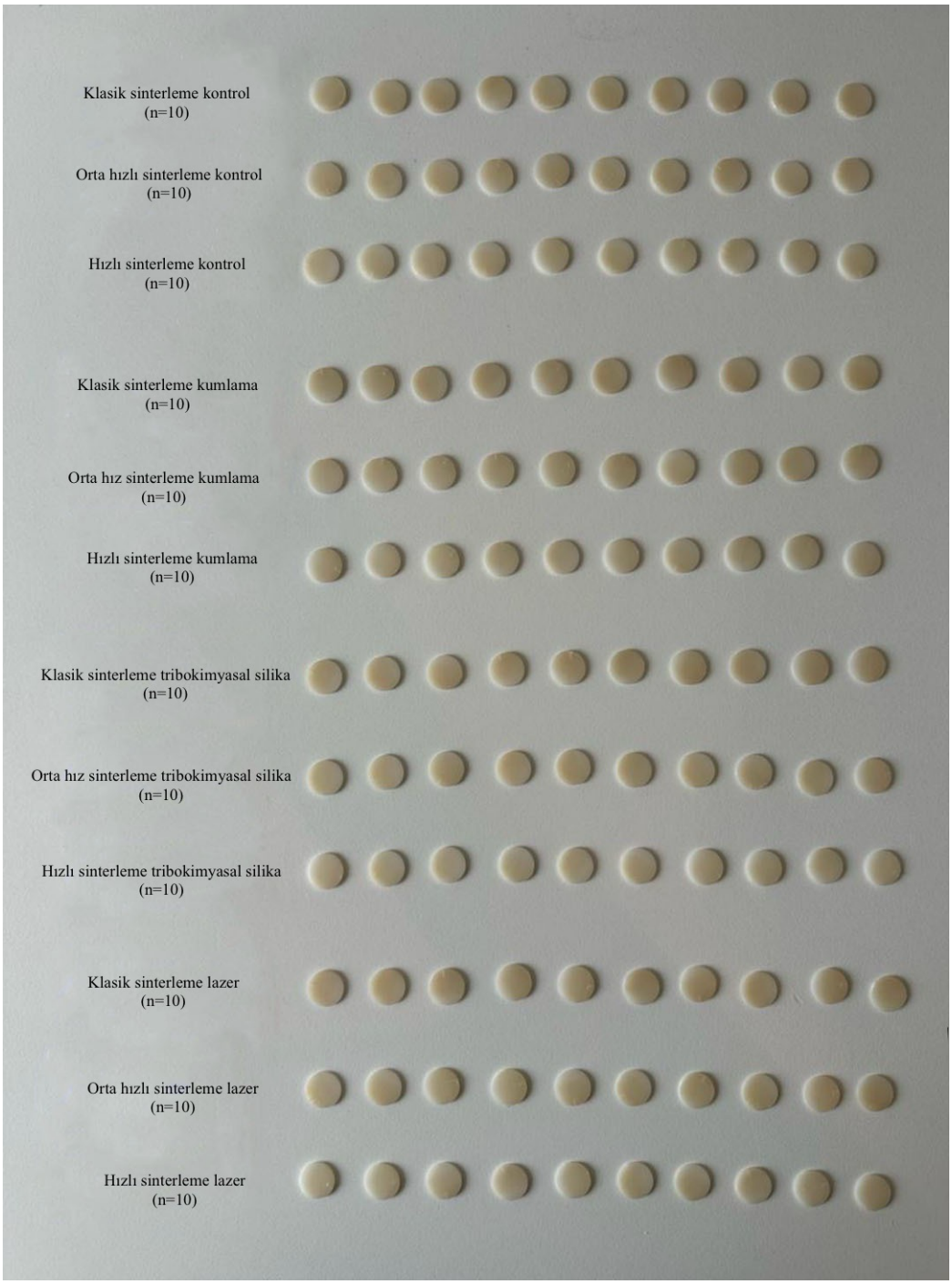
Er:YAG lazer cihazı (Doctor Smile, Türkiye), Çanakkale 18 Mart Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi bünyesinde kullanılmıştır. %50 su ve %50 hava soğutması altında, 10 Hz frekans ve 2.1 W enerji ile zirkonya yüzeylere, 1 mm çapındaki uç ile 10 saniye süreyle süpürme hareketi yapılarak monolitik zirkonya örnek yüzeylerine lazer uygulanmıştır. (Şekil 3.14, Şekil 3.15)



Şekil 3. 15: Çalışmada kullanılan ER:YAG lazer parametrelerinin cihaz üzerinde görünümü



Şekil 3. 16: Örneklere lazer ile pürüzlendirme yapılması



Şekil 3. 17: Tüm işlemler uygulanmış örneklerin gruplarına göre sıralanması. (n=120)

3.4. TARAMALI ELEKTRON MİKROSKOBU ANALİZİ

Zirkonyanın tane boyutu üzerindeki etkisini inceleyebilmek için, her gruptan rastgele birer örnek seçilerek toplamda 12 adet örnek sadece bu analizde kullanılmıştır. Örnekler Sağlık Bilimleri Üniversitesi Validebağ Araştırma Parkında bulunan altın kaplama cihazında 40 miliamperde (mA) 60 sn boyunca 50 A° kalınlığında altın-paladyum kaplandıktan sonra Boğaziçi Üniversitesi İleri Teknolojiler Araştırma Geliştirme Merkez Laboratuvarında bulunan SEM (Thermo Scientific, Quattro S, ABD) cihazı ile X500, X30.000 ve X50.000 büyütmede incelenmiştir. (şekil 3.17) Genel yüzeyin görüntülenmesi için X500 büyütme kullanılmıştır. Sinterleme protokolü ve yüzey pürüzlendirme işlemlerinin zirkonyanın yüzey topografisi üzerindeki etkisi X30.000 büyütmedeki SEM görüntüsü ile değerlendirilmiştir. Tane boyutu hesaplamasında X50.000 büyütmedeki SEM görüntüsü üzerinde rastgele 30 adet tanenin en geniş bölgelerinden ölçüm yapılmıştır.



Şekil 3. 18:SEM cihazı

3.5. YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ ÖLÇÜMLERİNİN YAPILMASI

Sağlık Bilimleri Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi bünyesindeki, PCE-RT 10 (PCE Holding GmbH, Almanya) mekanik profilometre cihazı kullanılmıştır. (Şekil 3.18) Örneklerin her birinin 3 ayrı noktasından Ra ve Rz ölçümleri yapılmış ve ortalamaları alınmıştır. Her bir ölçüm öncesi cihazın kendi kalibrasyon plağında kalibrasyonu yapılmıştır. Profilometre cihazının çözünürlüğü 0.01 mm, yüzey tarama uzunluğu 5 mm, okuyucu uç hızı 1 mm/sn ve n=5 cut off değeri ise 0,25 olarak tanımlanmıştır.



Şekil 3. 19: Profilometre cihazı

3.6. FAZ DÖNÜŞÜM ANALİZİNİN UYGULANMASI

Faz dönüşüm analizi, İstanbul Teknik Üniversitesi (İTÜ) Prof. Dr. Adnan Tekin Malzeme Bilimleri ve Üretim Teknolojileri Uygulama ve Araştırma Merkezi (ATUM) bünyesinde bulunan Panalytical X'Pert PRO XRD cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir (Panalytical, Hollanda) (Şekil 3.19).

Her gruptan rastgele 4 örnek seçilmiştir. X-ışını kaynağı olarak Bakır kullanılarak, K-Alpha1 ve K-Alpha2 dalga boylarında örneklerin yüzey işlem görmüş yüzeyleri tarandı. Tarama işlemi, 0.02 adım aralığıyla ve 2θ 10-80° açı aralığında yapıldı. Elde edilen difraktogramlar üzerinde faz identifikasyonu, International Centre for Diffraction Data (ICDD) veritabanı referans paternleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Monolitik zirkonya örneklerinde tetragonal fazın karakteristik pikleri 30.2°, 50.6° ve 59.8° 2θ açılarında, kübik fazın ana pikleri 29.5°, 49.1° ve 59.0° 2θ açılarında, monoklinik fazın tipik pikleri ise 28.1°, 31.4° ve 34.2° 2θ açılarında tespit edilmiştir.

Kristal fazların quantitative analizi, basit pik intensity oranı yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu yaklaşımda, kübik fazın ana karakteristik piki (29.5° 2θ) ve tetragonal fazın 29,5 piki (49.6° 2θ) intensite değerleri kullanılmıştır.

Faz oranları, aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanmıştır:

$$\text{Kübik Faz (\%)} = [I(29.5°) / (I(29.5°) + I(49.6°))] \times 100$$

$$\text{Tetragonal Faz (\%)} = [I(49.6°) / (I(29.5°) + I(49.6°))] \times 100$$

Burada I(29.5°) ve I(49.6°) sırasıyla 29.5° ve 49.6° 2θ açılarındaki pik intensite değerlerini temsil etmektedir. Bu yöntem, Garvie ve Nicholson (1972) tarafından geliştirilen klasik yaklaşımın modifiye edilmiş versiyonu olup, yttria-stabilize zirkonya sistemlerinde kübik ve tetragonal faz dağılımının hızlı ve güvenilir tayini için yaygın olarak kullanılmaktadır. Monoklinik faz varlığı, karakteristik (111) ve (-111) piklerinin (28.2° ve 31.4° 2θ) görsel incelenmesi ile değerlendirilmiş ve tüm örneklerde ihmal edilebilir düzeyde bulunmuştur.

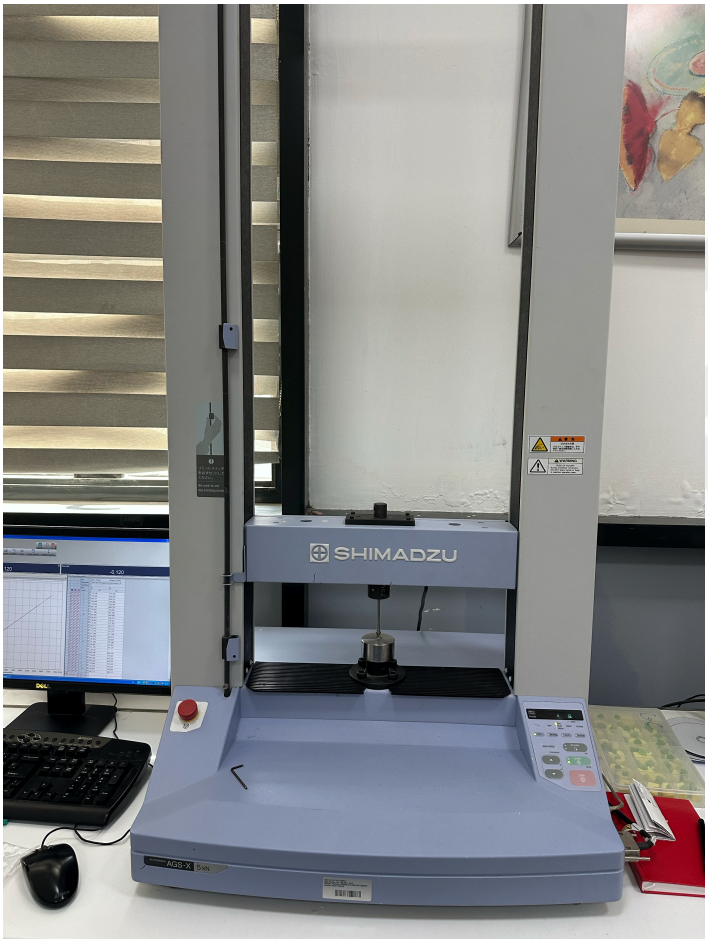


Şekil 3. 20: XRD cihazı

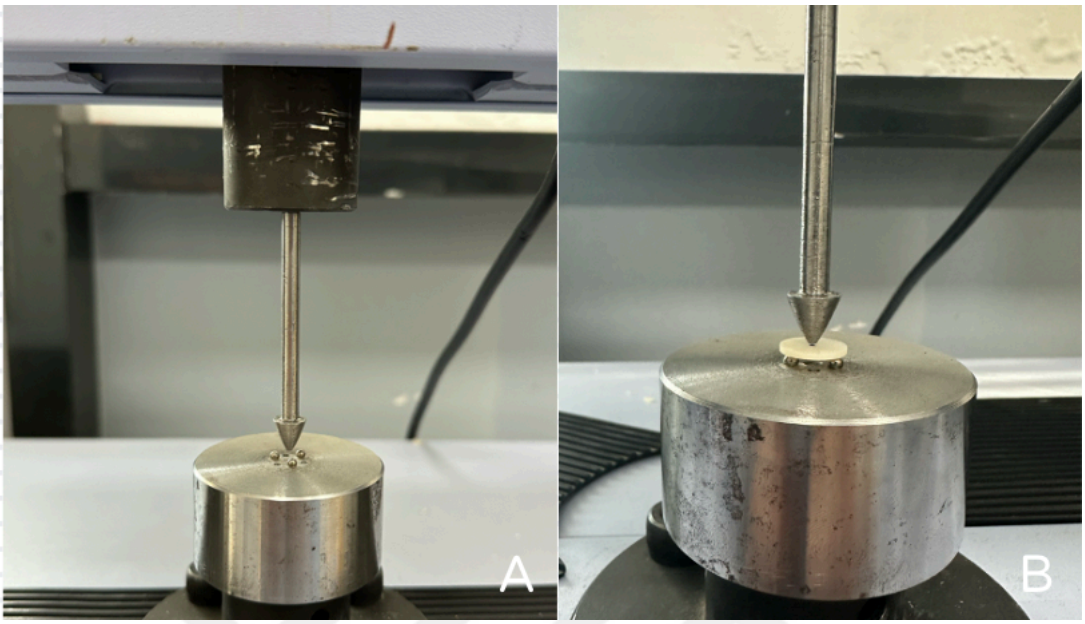
3.7. BİAKSİYAL BÜKÜLME DAYANIM TESTİNİN UYGULANMASI

Biaksiyal bükülme dayanımı testi Marmara Üniversitesi Diş hekimliği Fakültesi AR-GE Laboratuvarı bünyesindeki Universal test cihazı (Shimadzu, Japonya) ile gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.20) Test düzeneği için ISO standartı 6872:2008'e uygun şekilde; merkezi örnek çapında bulunacak şekilde, 120 derece açıyla yerleştirilmiş 3 bilyeden oluşan test düzeneği hazırlanmıştır (Şekil 3.21).

Örneklerin işlem uygulanmış yüzeyleri kuvvetin uygulanacağı yüzeye denk gelecek şekilde, diğer tarafları ise desteklere oturacak şekilde yerleştirilmiştir. Her bir örneğin orta noktasına 1 mm/dk hızda kuvvet uygulanmıştır.



Şekil 3. 21: Universal test cihazı



Şekil 3. 22: A:Universal test cihazına yerleştirilmiş düzenek. B:Örneğin yerleştirilmesi.

Kırılma anında gözlenen değerler ‘‘N’’ biriminde kaydedimiştir ve aşağıdaki formül kullanılarak bükülme dayanım değerleri ‘‘MPa’’ olarak hesaplanmıştır.

Stres (MPa) = 3Fd/2wh2 (3)

F: Kırılma dayanımı (N)

d: Desteklerin merkezleri arasındaki uzaklık (mm)

w: Örnek genişliği (mm)

h: Örnek kalınlığı (mm)

3.8. İSTATİSTİKSEL ANALİZ

Çalışma öncesinde her bir alt gruptaki örnek sayısı için güç analizi yapılmıştır. Gpower (ver.3.1.9.6) kullanılarak "F tests - ANOVA: Repeated measures, within-between interaction" tekniği kullanılarak tek kuyruklu dağılımda orta düzeyde (effect size f=0,25)

değişim genişliğinde 0,05 hata 0,95 güç ile toplam n değeri 10 olarak hesaplanmıştır. 12 farklı grup için örneklem genişliği 120 olarak belirlenmiştir.

Verilerin analizi jamovi (ver.2..22) ve IBM SPSS (ver25) yazılımları kullanılarak yapılmıştır. Verilerin normal dağılıma uygunluğu Shapiro Wilks testi ile değerlendirilmiştir. Değişkenler arasındaki farklılıklar sürekli verilerin normal dağılıma uygun olduğu durumda ANOVA (post Hoc:Tukey), olmadığı durumda Kruskal Wallis (Post Hoc:Dwass-Steel-Critchlow-Fligner) kullanılmıştır. İstatistiksel anlamlılık, $p < 0,05$ olduğu durumda kabul edilmiştir.

4. BULGULAR

4.1. YÜZEY PÜRÜZLÜLÜĞÜ ANALİZİ BULGULARI

4.1.1. Ra Değerleri

Dört farklı yüzey pürüzlendirme işlemi ve üç farklı sinterleme protokolü ile yüzey pürüzlülüğü ölçülmüştür (Tablo 4.1). Her bir örneğin 3 farklı noktasından yapılan ölçüm sonrasında Ra değerleri kaydedilip ortalaması alınmıştır. Tüm örneklerde normal varsayımı sağlanmıştır ($p>0,05$).

Tablo 4. 1: Tüm örneklere ait Ra pürüzlülük verileri (µm) S:Sinterleme P:Pürüzlendirme T.Silika: Tribokimyasal silika

S	P	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Klasik	Kontrol	0,936	0,831	0,595	0,423	0,393	0,711	0,826	0,587	0,886	0,676
	Kumlama	1,647	0,711	1,071	1,837	1,462	1,302	1,532	0,683	1,502	1,236
	T.Silika	0,671	0,921	1,061	0,781	0,693	1,202	0,711	1,237	0,961	1,672
	Lazer	0,921	0,896	0,751	0,601	0,806	0,831	0,951	1,026	1,146	1,112
Orta Hızlı	Kontrol	0,51	0,345	0,411	0,410	0,461	0,408	0,395	0,538	0,413	0,373
	Kumlama	0,435	0,811	1,592	1,111	0,946	0,711	1,462	0,736	1,101	0,806
	T. Silika	0,623	1,096	0,721	0,647	0,741	1,171	1,392	1,031	0,801	0,706
	Lazer	0,871	1,131	0,691	1,145	0,691	0,746	0,508	0,771	0,558	0,448
Hızlı	Kontrol	0,706	0,627	0,296	0,571	0,428	0,743	0,413	0,906	0,350	0,731
	Kumlama	0,896	0,841	0,686	1,342	1,131	1,261	1,282	1,382	1,856	1,136
	T. Silika	1,184	0,931	1,312	1,438	0,976	1,176	1,382	1,056	1,812	1,031
	Lazer	0,766	1,236	0,861	1,256	0,836	0,961	1,322	1,622	0,633	0,623

Kontrol ve kumlama gruplarında yüzey pürüzlülük değerleri en yüksek klasik ve en düşük hızlı (klasik > hızlı > orta hızlı) olarak ölçülmüştür. Tribokimyasal silika ve lazer gruplarında en yüksek orta hızlı, en düşük hızlı (hızlı > klasik > orta hızlı) olarak ölçüm yapılmıştır. En düşük standart sapmalar kontrol grubundadır. Bu grup daha homojendir. En yüksek ortalama değer klasik sinterleme kumlama (1.298) grubunda, en düşük ortalama değer ise orta hızlı kontrol (0.426) grubundadır. Genel olarak kumlama ve hızlı sinterleme prosedürü, daha yüksek ortalama ve daha geniş sapma ile veri üretmektedir. Kontrol grubu, diğer yüzey işlemlerine kıyasla daha düşük yüzey pürüzlülüğüne sahiptir (Tablo 4.2).

Tablo 4. 2: Ra verilerine ait istatistik değerleri (μm)

Pürüzlendirme	Sinterleme	Ortalama	Standart Sapma	Minimum	Maksimum
Kontrol	Klasik	0.686	0.1877	0.393	0.936
	Orta	0.426	0.0597	0.345	0.538
	Hızlı	0.577	0.1995	0.296	0.906
Kumlama	Klasik	1.298	0.3821	0.683	1.837
	Orta	0.971	0.3538	0.435	1.592
	Hızlı	1.181	0.3308	0.686	1.856
Tribokimyasal Silika	Klasik	0.991	0.3150	0.671	1.672
	Orta	0.893	0.2616	0.623	1.392
	Hızlı	1.230	0.2668	0.931	1.812
Lazer	Klasik	0.904	0.1665	0.601	1.146
	Orta	0.756	0.2379	0.448	1.145
	Hızlı	1.012	0.3316	0.623	1.622

Yapılan İki yönlü ANOVA sonucuna göre hem kullanılan sinterleme protokolü tipi ($F=9,070$, $p<0,0001$, $\eta^2=0,086$) hem de uygulanan yüzey pürüzlendirme tekniği türü ($F=26,170$, $p<0,001$, $\eta^2=0,372$) Ra değeri üzerinde anlamlı etki göstermektedir. Ancak bu iki değişkenin etkileşim etkisi anlamlı bulunmamıştır ($F=1,060$, $p=0,392$) (Tablo 4.3).

Tablo 4. 3: Ra değerlerine ait ANOVA testi sonuçları

Kaynak	F	p	Kısmi η^2
Sinterleme Protokolü	9.070	<0.001	0.086
Yüzey İşlemi	26.170	<0.001	0.372
Sinterleme x Yüzey İşlemi	1.060	0.392	0.030
Normallik Testi- Shapiro-Wilk	-	0.070	-

Post-hoc Tukey testlerine göre, orta hızlı sinterleme; klasik ve hızlı sinterlemeye göre istatistiksel olarak anlamlı düzeyde daha düşük değerlere sahiptir (p=0,003; <0,001) (Tablo 4.4)

Tablo 4. 4: Ra değerlerine ait sinterleme protokolleri Post-hoc karşılaştırması

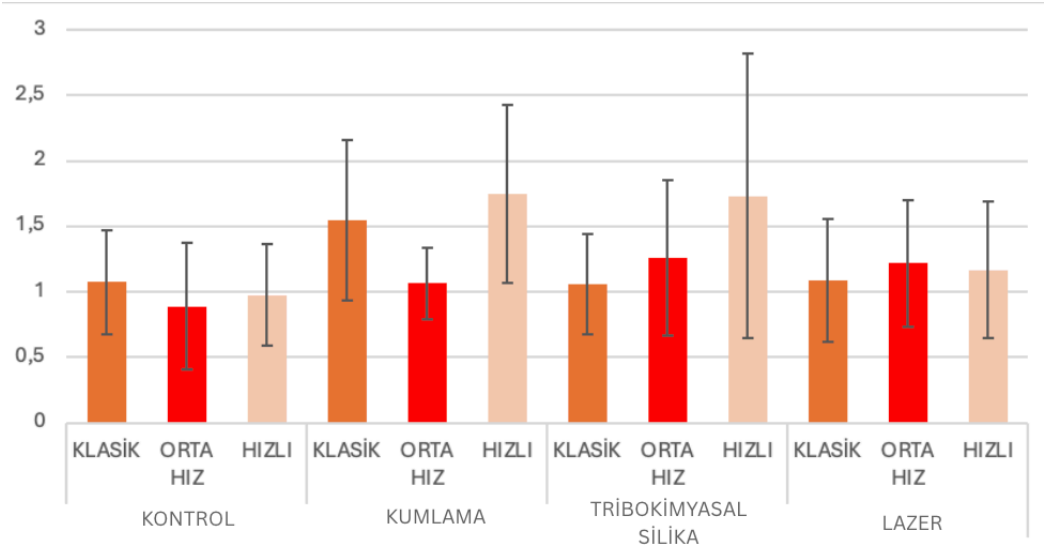
Karşılaştırma	Ortalama Farkı	p
Klasik- Orta Hız	3,417	0,003
Klasik- Hızlı	0,492	0,875
Orta Hız- Hızlı	3,909	<0,001

Yüzey pürüzlendirme işlemleri bazında ise kontrol grubu diğer grubundan istatistiksel olarak anlamlı olarak farklılaştığı görülmektedir (p<0,05). İlave olarak lazer grubu kumlama grubundan istatistiksel olarak anlamlı olarak farklılaştığı görülmektedir (p<0,05) (Tablo 4.5)

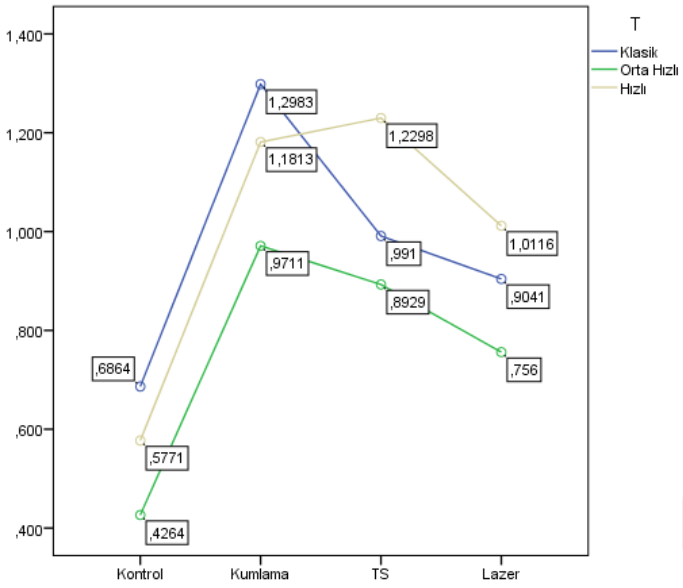
Tablo 4. 5: Ra değerlerine ait yüzey pürüzlendirme Post-Hoc karşılaştırması

Karşılaştırma	Ortalama Farkı	p
Kontrol- Kumlama	-8.34	<.001
Kontrol- T.Silika	-6.74	<.001
Kontrol- Lazer	4.65	<.001
Kumlama- T. Silika	1.60	0,386
Kumlama- Lazer	-3.69	0,002
T. Silika- Lazer	-2.09	0162

Sonuçlar, hem sinterleme protokolünün hem de yüzey işleminin bağımlı değişkeni etkilediğini, ancak bu iki faktörün birbirine bağlı çalışmadığını göstermektedir. Grafiksel gösterim Şekil 4.1 ve Şekil 4.2'dedir.



Şekil 4. 1: Ra değerleri aritmetik ortalama değerlerinin karşılaştırmalı grafiği (µm)



Şekil 4. 2: Ra değerleri aritmetik ortalama grafiği (µm) TS:Tribokimyasal silika T:Sinterleme protokolü

Analiz sonuçlarında; kontrol gruplarıyla tüm pürüzlendirme işlemleri arasında anlamlı fark bulunmuştur. Pürüzlendirme işlemleri arasında ise klasik sinterleme kumlama ,orta hızlı sinterleme lazer, orta hızlı sinterleme lazer ile hızlı sinterleme kumlama ve orta hızlı sinterleme lazer ve hızlı sinterleme tribokimyasal silika grupları arasında anlamlı fark bulunmuştur ($p<0,05$).

4.1.2. Rz Değerleri

Dört farklı yüzey pürüzlendirme işlemi ve üç farklı sinterleme protokolü ile yüzey pürüzlülüğü ölçülmüştür (Tablo 4.6). Her bir örneğin 3 farklı noktasından yapılan ölçüm sonrasında Rz değerleri kaydedilip ortalaması alınmıştır. Tüm gruplarda normal varsayımı sağlanamamıştır ($p<0,05$).

Tablo 4. 6: Tüm örneklere ait Rz verileri(µm). S: Sinterleme P: Pürüzlendirme T.Silika: Tribokimyasal silika

S	P	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Klasik	Kontrol	5,568	5,034	2,303	1,181	6,690	5,408	4,546	1,732	7,011	2,023
	Kumlama	6,850	4,346	6,329	6,690	5,047	6,610	8,453	4,166	6,289	4,506
	T.Silika	1,763	9,234	5,970	2,884	1,712	5,609	4,547	6,370	5,489	2,453
	Lazer	2,804	3,024	2,724	2,984	2,744	3,070	5,609	4,687	4,346	3,966
Orta Hızlı	Kontrol	3,164	1,392	7,451	2,343	8,413	1,832	2,223	2,323	1,632	2,052
	Kumlama	1,412	3,004	2,553	5,568	4,606	2,924	6,489	3,986	4,186	8,092
	T.Silika	3,825	9,013	3,585	2,213	3,765	2,984	2,864	8,613	3,004	6,049
	Lazer	3,825	4,987	3,905	3,305	2,664	2,624	2,023	2,624	2,003	2,553
Hızlı	Kontrol	2,69	2,873	1,328	2,73	1,632	6,21	1,562	4,026	1,852	3,805
	Kumlama	4,466	3,185	3,325	5,848	4,146	3,905	4,006	5,408	8,052	4,046
	T.Silika	2,293	2,624	2,093	6,009	1,542	2,804	11,37	3,465	1,973	2,403
	Lazer	3,044	3,024	4,927	4,426	5,116	6,210	5,488	8,292	3,425	2,423

Orta hızlı kontrol grubu ortalama ve medyan bakımından en yüksek değere sahip (Mean = 5.93, Median = 6.31), varyasyon (SD = 1.373) ise orta düzeydedir. En düşük medyan değerler, Orta hızlı kumlama (2.27) ve Orta hızlı lazer (2.51) gruplarında gözlenmektedir. Varyasyonu en yüksek grup: Orta hızlı lazer (SD = 2.982), veri dağılımının genişliğini göstermektedir. Shapiro wilks test ile bulunan normal dağılmama sonucu ile ortalama ve ortanca farkları, veri dağılımının simetrik olmadığı ile de desteklenmektedir (Tablo 4.7).

Tablo 4. 7: Rz verilerine ait istatistik sonuçları (µm)

Pürüzlendirme	Sinterleme	Ortalama	Median	SD	IQR
Kontrol	Klasik	4,15	4,79	2,154	3,44
	Orta	5,93	6,31	1,373	2,03
	Hızlı	4,60	5,02	2,409	3,32
Kumlama	Klasik	3,60	3,05	1,002	1,40
	Orta	3,28	2,27	2,507	1,07
	Hızlı	4,28	4,09	1,999	2,38
Tribokimyasal Silika	Klasik	4,59	3,67	2,447	2,50
	Orta	3,05	2,64	0,946	1,12
	Hızlı	2,87	2,71	1,494	1,89
Lazer	Klasik	4,64	4,10	1,457	1,24
	Orta	3,66	2,51	2,982	1,16
	Hızlı	4,64	4,68	1,777	2,26

Yapılan parametrik olmayan analiz sonucuna göre sinterleme protokolleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmamıştır (p=0,073). Yüzey pürüzlendime işlemleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmuştur (p=0,003) (Tablo 4.8).

Tablo 4. 8: Rz değerleri Kruskal-Wallis test sonuçları

Kaynak	p	Kısmi η^2
Sinterleme Protokolü	0,073	5,240
Yüzey İşlemi	0,003	13,900
Normallik Testi- Shapiro-Wilk	<0,001	-

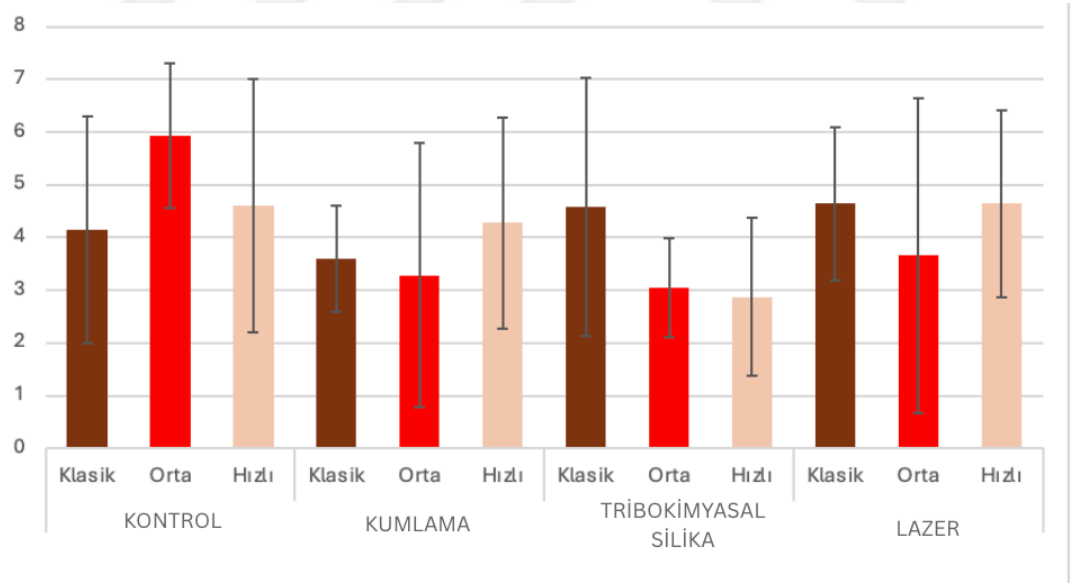
Gruplar arası karşılaştırmalarda; kumlama grubunun kontrol ve lazer grubundan düşük değerleri olması istatistiksel olarak anlamlıdır ($p<0,05$). Diğer grup çiftleri arasında anlamlı farklılık bulunmamıştır ($p>0,05$). Değişkenlerin etkileşim etkisi anlamlı bulunmuştur ($p=0,003$) Post-Hoc testleri Tablo 4.9, Tablo 4.10'da verilmiştir. Gruplara ait aritmetik ortalama grafikleri Şekil 4.3 ve Şekil 4.4'te verilmiştir.

Tablo 4. 9: Rz değerleri sinterleme protokolleri Post-Hoc karşılaştırması

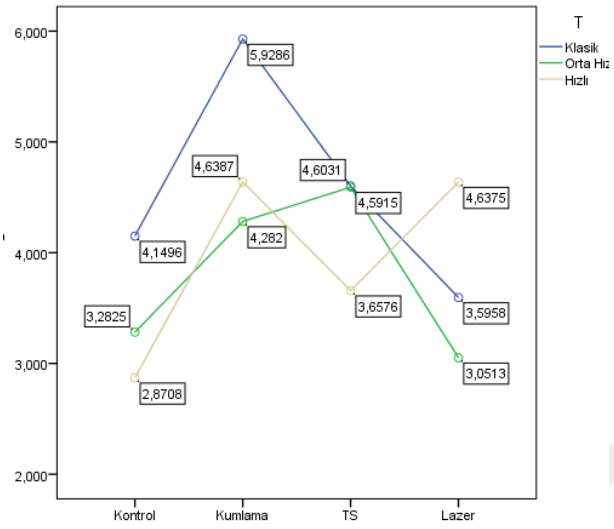
Karşılaştırma	Ortalama Farkı	p
Klasik- Orta Hız	-2,892	0,102
Klasik- Hızlı	-2,565	0,165
Orta Hız- Hızlı	0,912	0,795

Tablo 4. 10: Rz değerleri yüzey pürüzlendirme Post-Hoc karşılaştırması

Karşılaştırma	Ortalama Farkı	p
Kontrol- Kumlama	4,443	0,009
Kontrol- T.Silika	2,321	0,356
Kontrol- Lazer	2,426	0,316
Kumlama- T. Silika	-2,959	0,156
Kumlama- Lazer	-4,151	0,018
T. Silika- Lazer	0,105	1,000



Şekil 4. 3: Rz değerleri ait aritmetik ortalama değerlerinin karşılaştırmalı grafiği (µm)



Şekil 4. 4: Rz değerleri aritmetik ortalama grafiği (µm) T:Sinterleme protokolü

4.2. BÜKÜLME DAYANIMI BULGULARI

Yüzey pürüzlendirme işlemlerine göre dört farklı grupta ve üç farklı sinterleme protokolü ile tüm örneklerin bükülme dayanımı değerleri ölçülmüş, kırılma anında gözlenen değerler ‘‘N’’ biriminde kaydedilmiştir ve aşağıdaki formül kullanılarak bükülme dayanım değerleri ‘‘MPa’’ olarak hesaplamıştır (Tablo 4.11).

Stres (MPa) = 3Fd/2wh2 (3)

F: Kırılma dayanımı (N)

d: Desteklerin merkezleri arasındaki uzaklık (mm)

w: Örnek genişliği (mm)

h: Örnek kalınlığı (mm)

Tablo 4. 11: Tüm örneklere ait bükülme dayanımı verileri (MPa)

S	P	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Klasik	Kontrol	750,096	823,600	696,487	610,249	565,079	622,993	722,223	786,593	787,938	702,396
	Kumlama	702,436	630,507	804,915	761,700	754,468	699,473	705,400	697,722	696,185	741,488
	T.Silika	636,605	745,468	527,464	703,471	689,661	573,979	751,650	648,725	673,948	748,123
	Lazer	609,860	719,336	745,628	648,151	793,488	730,548	566,730	756,681	811,396	688,898
Orta Hızlı	Kontrol	627,124	573,717	604,769	543,962	676,407	747,989	763,018	819,461	564,854	653,876
	Kumlama	685,264	743,407	744,244	682,370	682,865	675,356	798,270	682,354	669,959	683,359
	T.Silika	695,853	717,490	689,243	714,855	677,021	683,132	621,731	651,310	710,479	640,856
	Lazer	735,953	746,804	731,263	729,345	732,643	717,770	721,861	724,115	726,535	757,260
Hızlı	Kontrol	691,802	702,596	649,666	684,829	628,526	622,060	606,957	540,175	682,577	673,173
	Kumlama	647,372	732,238	641,337	619,657	635,303	688,663	710,144	635,303	700,258	627,034
	T.Silika	617,460	607,237	640,175	623,652	612,329	698,568	620,556	615,423	694,137	766,835
	Lazer	659,902	787,276	606,349	735,065	695,340	666,020	729,848	736,240	704,854	700,097

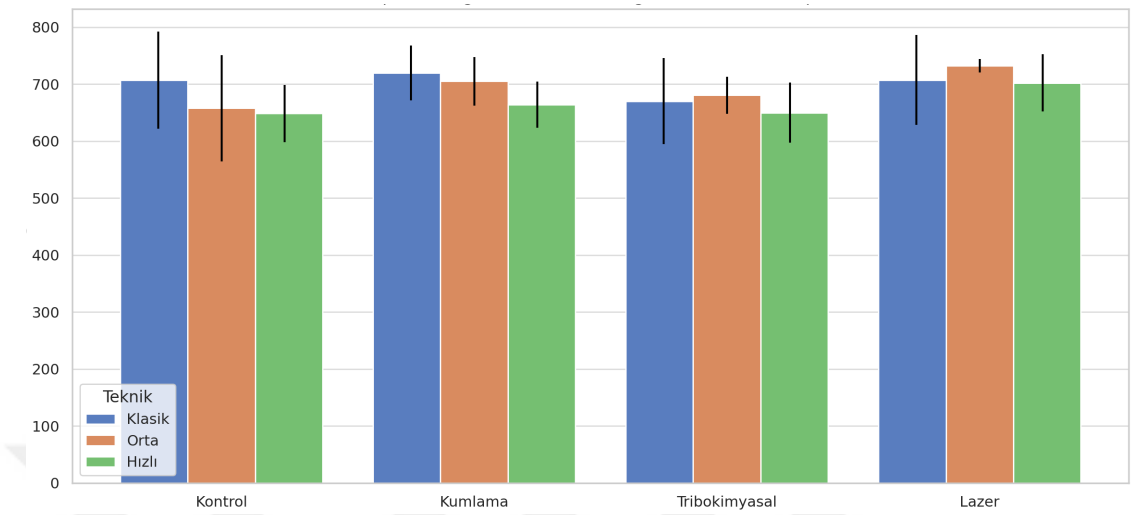
Farklı yüzey pürüzlendirme işlemleri arasında kontrol ve kumlama gruplarında bükülme dayanımı değerleri en yüksek klasik sinterlemede ve en düşük hızlı sinterlemede (klasik > orta hızlı>hızlı) ölçülmüştür. Tribokimyasal silika ve lazer gruplarında ise en yüksek orta hızlı sinterlemede, en düşük hızlı sinterlemede (orta hızlı>klasik>hızlı) ölçüm yapımıştır. Tüm gruplarda; hızlı sinterlemenin bükülme dayanımı bulguları en düşük bulunmuştur.

En yüksek ortalama değerler özellikle klasik sinterleme protokolüyle kumlama grubunda gözlemlenmiştir. Lazer grubunda; orta hızlı sinterlemede en yüksek değer (732,35 MPa) olup, aynı zamanda en düşük standart sapmaya sahiptir, sonuçlar daha homojendir. Sonuç olarak lazer ile pürüzlendirilen gruplarda orta hızlı sinterlemede, yüksek ve tutarlı sonuçlar elde edilmiştir. Hızlı sinterlemede, özellikle control ve tribokimyasal silika

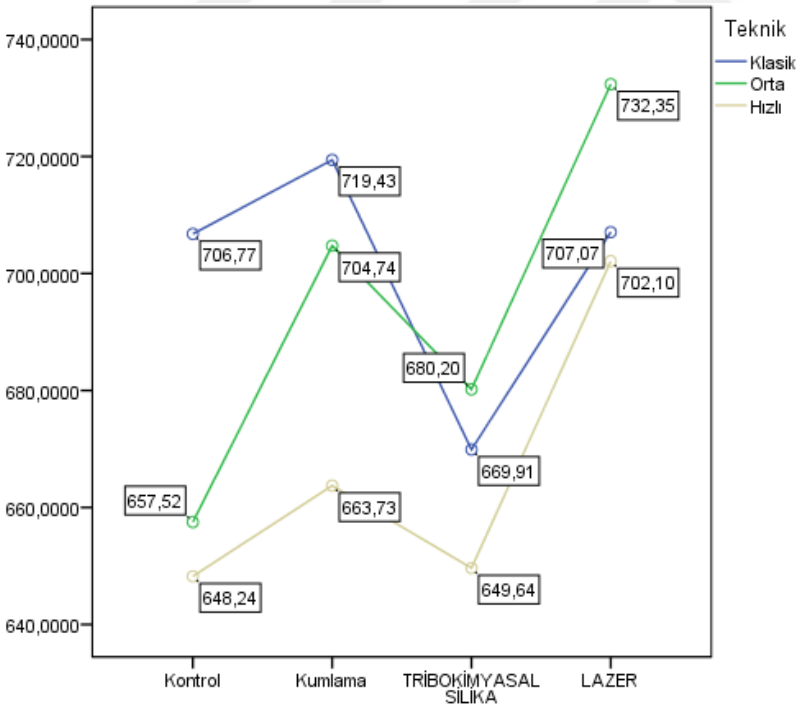
gruplarında belirgin olarak ortalama düşüktür. Kontrol grubunda; orta hızlı sinterleme ve klasik sinterlemede standart sapmalar geniştir, veri dağılımı fazladır (Tablo 4.12). Verilere ait aritmetik ortalama grafikleri Şekil 4.5 ve 4.6'da verilmiştir.

Tablo 4. 12: Bükülme dayanımı verilerine ait istatistik sonuçları (MPa)

		Ortalama	Standart Sapma	Minimum	Maksimum
Kontrol	Klasik	706,77	85,15	565,08	823,60
	Orta	657,52	93,17	543,96	819,46
	Hızlı	648,24	49,94	540,18	702,60
Kumlama	Klasik	719,43	47,86	630,51	804,92
	Orta	704,74	42,42	669,96	798,27
	Hızlı	663,73	40,11	619,66	732,24
Tribokimyasal Silika	Klasik	669,91	75,35	527,46	751,65
	Orta	680,20	32,75	621,73	717,49
	Hızlı	649,64	52,83	607,24	766,84
Lazer	Klasik	707,07	78,84	566,73	811,40
	Orta	732,35	11,91	717,77	757,26
	Hızlı	702,10	50,09	606,35	787,28



Şekil 4. 5: Bükülme dayanımı değerleri aritmetik ortalama saplu kutu grafiği gösterimi (MPa)



Şekil 4. 6: Bükülme dayanımı değerleri aritmetik ortalama grafiği (MPa)

Yapılan İki yönlü ANOVA sonucuna göre hem uygulanan yüzey pürüzlendirme işlem tipi ($F(3,108)=4,172$, $p=0,008$, $\eta^2=0,104$) hem de sinterleme protokolü türü ($F(2,108)=3,833$, $p=0,025$, $\eta^2=0,066$) bükülme dayanımı üzerinde anlamlı etki

göstermektedir. Ancak bu iki değişkenin etkileşim etkisi anlamlı bulunmamıştır (F(6,108)=0,912, p=0,489) (Tablo 4.13).

Tablo 4. 13: Bükülme dayanımı değerleri ANOVA testi sonuçları

Kaynak	F	p	Kısmi η^2
Sinterleme Protokolü	4,172	0,008*	0,104
Yüzey İşlemi	3,833	0,025*	0,066
Sinterleme x Yüzey İşlemi	0,912	0,489	0,048
Normallik Testi- Shapiro-Wilk	-	0,112	-

Post-hoc Tukey testlerine göre; hızlı sinterleme, klasik sinterlemeye göre istatistiksel olarak anlamlı düzeyde daha düşük değerlere neden olmuştur (p=0,025). Hızlı sinterleme, klasik sinterlemeye göre anlamlı farklılık göstermektedir, değerler daha düşüktür. Orta hızlı sinterleme ile hızlı sinterleme ve klasik sinterleme ile orta hızlı sinterleme arasındaki farklılık istatistiksel olarak anlamlı düzeyde değildir (sırası ile p=0,097; p=0,855) (Tablo 4.14)

Tablo 4. 14: Bükülme dayanımı değerleri sinterleme protokolü Post- Hoc karşılaştırması

Karşılaştırma	Ortalama Farkı	p
Klasik- Orta Hız	7,09	0,855
Klasik- Hızlı	34,86	0,025
Orta Hız- Hızlı	-27,78	0,097

Yüzey pürüzlendirme işlemlerine göre ise lazer ile pürüzlendirilen grubun, hem kontrol hem de tribokimyasal silika grubundan istatistiksel olarak anlamlı olarak farklılaştığı görülmektedir. Sonuçlar, hem sinterleme protokolünün hem de yüzey işleminin bağımlı değişkeni etkilediğini, ancak bu iki faktörün birbirine bağlı çalışmadığını göstermektedir. Lazer grubunun bazı gruplara göre anlamlı farklılık gösterdiği görülmektedir. Özellikle kontrol ve tribokimyasal silika grupları ile arasında fark vardır. (Tablo 4.15)

Tablo 4. 15: Bükülme dayanımı değerleri yüzey pürüzlendirme Post-Hoc karşılaştırması

Karşılaştırma	Ortalama Farkı	p
Kontrol- Kumlama	4,443	0,009
Kontrol- T.Silika	2,321	0,356
Kontrol- Lazer	2,426	0,316
Kumlama- T. Silika	-2,959	0,156
Kumlama- Lazer	-4,151	0,018
T. Silika- Lazer	0,105	1,000

Orta hızlı ve hızlı sinterleme gruplarında; kontrol grubu, lazer ile pürüzlendirme ve tribokimyasal silika kaplama teknikleri arasındaki farklılık istatistiksel olarak anlamlı bulunmuştur ($p<0,05$). Lazer grubunda orta hızlı ve hızlı sinterlemede bükülme dayanımı daha yüksektir.

Kumlama grubunda; hızlı sinterleme, klasik sinterleme ve orta hızlı sinterleme grupları arasındaki farklılık istatistiksel olarak anlamlı bulunmuştur ($p<0,05$). Kumlamada hızlı sinterlemede bükülme dayanımı daha düşüktür.

Klasik sinterlemede, özellikle lazer ile pürüzlendirme ve tribokimyasal silika kaplama uygulandığında en yüksek bükülme dayanımı görülmüştür. İstatistiksel olarak anlamlı farklar, çoğunlukla klasik sinterleme tekniğinin üstünlüğünü vurgulamaktadır. Tribokimyasal silika uygulaması bazı teknikler arasında anlamlı farklılık yaratmış ve bu grup içinde istatistiksel olarak belirgin farklar elde edilmiştir. Hızlı sinterlemede, genellikle daha düşük dayanım değerleri gözlenmiştir, ancak istatistiksel olarak her zaman anlamlı olmamıştır.

Verilerin analizi Jamovi (ver.2..22) ve IBM SPSS (ver25) yazılımları kullanılarak yapılmıştır. Verilerin normal dağılıma uygunluğu shapiro wilks testi değerlendirilmiştir. Değişkenler arasındaki, farklılıklar sürekli verilerin normal dağılıma uygun olduğu durumda ANOVA (Post Hoc:Tukey), olmadığı durumda Kruskal Wallis (Post Hoc: Dwass-Steel-Critchlow-Fligner) kullanılmıştır. İstatistiksel anlamlılık, <0,05 olduğu durumda kabul edilmiştir.

4.3. XRD ANALİZİ BULGULARI

4.3.1. XRD Analizine Göre Faz İçerik Oranları

Monolitik zirkonya örneklerinde tetragonal fazın karakteristik pikleri 30.2°, 50.6° ve 59.8° 2θ açılarında, kübik fazın ana pikleri 29.5°, 49.1° ve 59.0° 2θ açılarında, monoklinik fazın tipik pikleri ise 28.1°, 31.4° ve 34.2° 2θ açılarında tespit edilmiştir.

Kristal fazların quantitative analizi, basit pik intensity oranı yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu yaklaşımda, kübik fazın ana karakteristik piki (29.5° 2θ) ve tetragonal fazın 29,5 piki (49.6° 2θ) intensite değerleri kullanılmıştır.

Faz oranları, aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanmıştır:

Kübik Faz (%) = [I(29.5°) / (I(29.5°) + I(49.6°))] × 100

Tetragonal Faz (%) = [I(49.6°) / (I(29.5°) + I(49.6°))] × 100

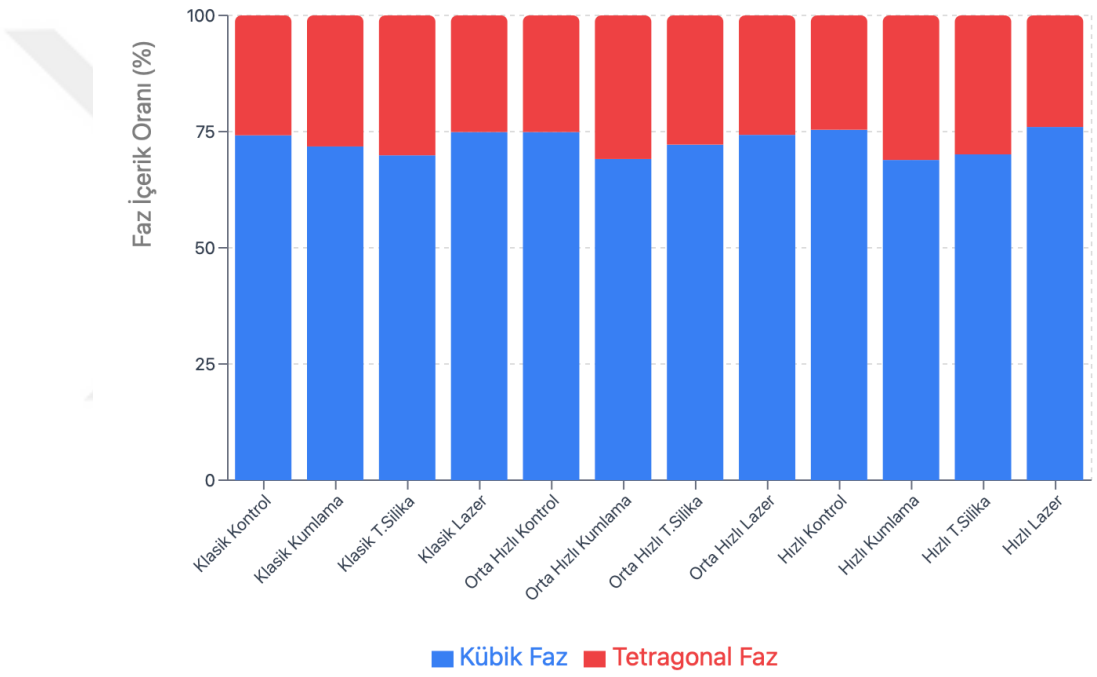
Burada I(29.5°) ve I(49.6°) sırasıyla 29.5° ve 49.6° 2θ açılarındaki pik intensite değerlerini temsil etmektedir. Bu yöntem, Garvie ve Nicholson (1972) tarafından geliştirilen klasik yaklaşımın modifiye edilmiş versiyonu olup, yttria-stabilize zirkonya sistemlerinde kübik ve tetragonal faz dağılımının hızlı ve güvenilir tayini için yaygın olarak kullanılmaktadır. Monoklnik faz varlığı, karakteristik (111) ve (-111) piklerinin (28.2° ve 31.4° 2θ) görsel incelenmesi ile değerlendirilmiş ve tüm örneklerde ihmal edilebilir düzeyde bulunmuştur.

Her gruptan 4'er tane örneğin faz içerik (%) oranları Tablo 4.16'da verilmiştir.

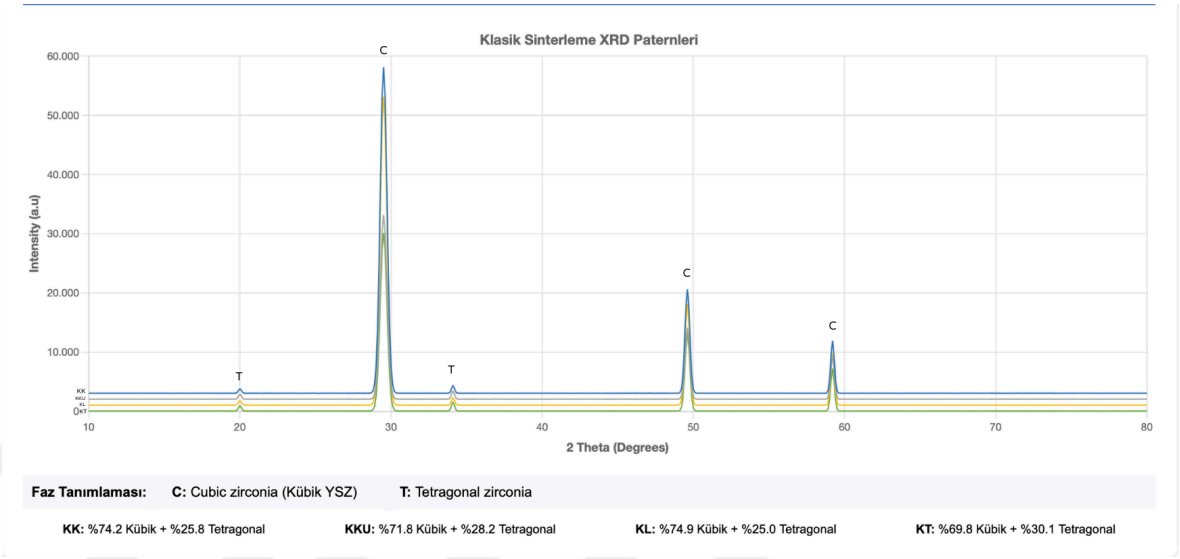
Tablo 4. 16: XRD Analizine göre faz içerik verileri.(%) K: Kübik faz. T:Tetragonanal faz.

SİNTERLEME	YÜZEY İŞLEMİ	FAZ	1	2	3	4	ORT.	S.S
KLASİK	Kontrol	K	75.2	75.1	71.2	75.2	74.2	± 2.0
		T	24.8	24.9	28.8	24.8	25.8	± 2.0
	Kumlama	K	73.1	66.9	76.0	71.3	71.8	± 3.9
		T	26.9	33.1	24.0	28.7	28.2	± 3.9
	T.Silika	K	68.0	68.8	70.2	72.4	69.9	± 1.9
		T	32.0	31.2	29.8	27.6	30.1	± 1.9
	Lazer	K	75.5	74.6	74.8	74.9	74.9	± 0.4
		T	24.5	25.4	25.2	25.1	25.1	± 0.4
ORTA HIZLI	Kontrol	K	74.3	75.8	74.9	74.4	74.9	± 0.7
		T	25.7	24.2	25.1	25.6	25.1	± 0.7
	Kumlama	K	67.2	71.4	70.2	67.6	69.1	± 2.1
		T	32.8	28.6	29.8	32.4	30.9	± 2.1
	T.Siika	K	70.7	70.0	76.0	72.2	72.2	± 2.6
		T	29.3	30.0	24.0	27.8	27.8	± 2.6
	Lazer	K	75.7	73.3	72.8	75.3	74.3	± 1.4
		T	24.3	26.7	27.2	24.7	25.7	± 1.4
HIZLI	Kontrol	K	74.7	76.1	74.0	76.8	75.4	± 1.3
		T	25.3	23.9	26.0	23.2	24.6	± 1.3
	Kumlama	K	64.0	68.3	66.1	77.3	68.9	± 5.6
		T	36.0	31.7	33.9	22.7	31.1	± 5.6
	T.Silika	K	71.4	71.1	66.4	71.3	70.1	± 2.4
		T	28.6	28.9	33.6	28.7	29.9	± 2.4
	Lazer	K	77.0	76.4	74.9	75.5	76.0	± 0.9
		T	23.0	23.6	25.1	24.5	24.0	± 0.9

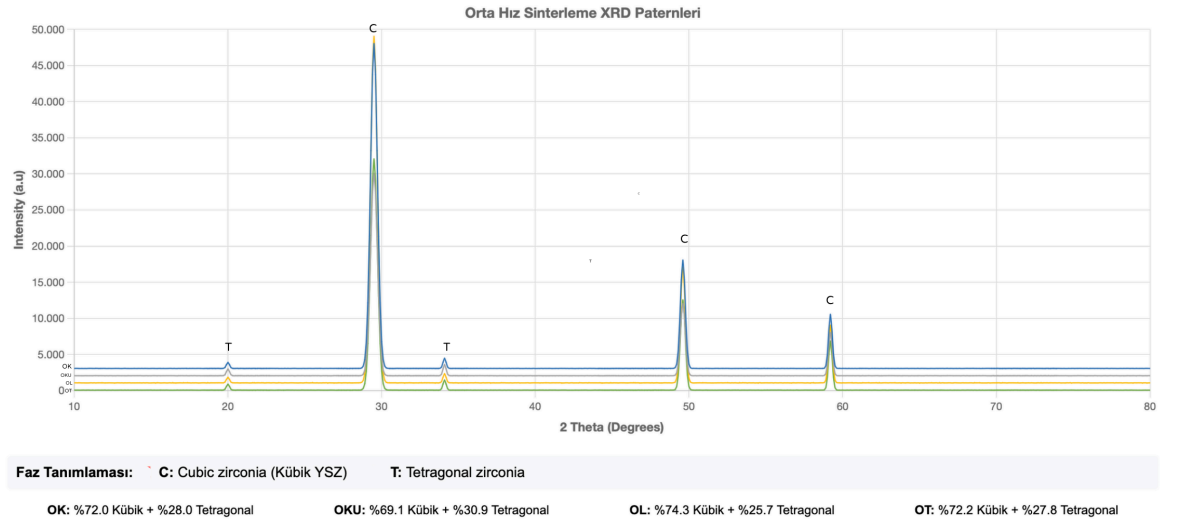
Monolitik zirkonya örneklerinde tetragonal fazın karakteristik pikleri 30.2°, 50.6° ve 59.8° 2θ açılarında, kübik fazın ana pikleri 29.5°, 49.1° ve 59.0° 2θ açılarında, monoklinik fazın tipik pikleri ise 28.1°, 31.4° ve 34.2° 2θ açılarında tespit edilmiştir. Sinterleme protokollerine göre faz içeriklerinin grafiği Şekil 4.7'de, karakteristik pik diyagramları Şekil 4.8, Şekil 4.9 ve Şekil 4.10'da verilmiştir.



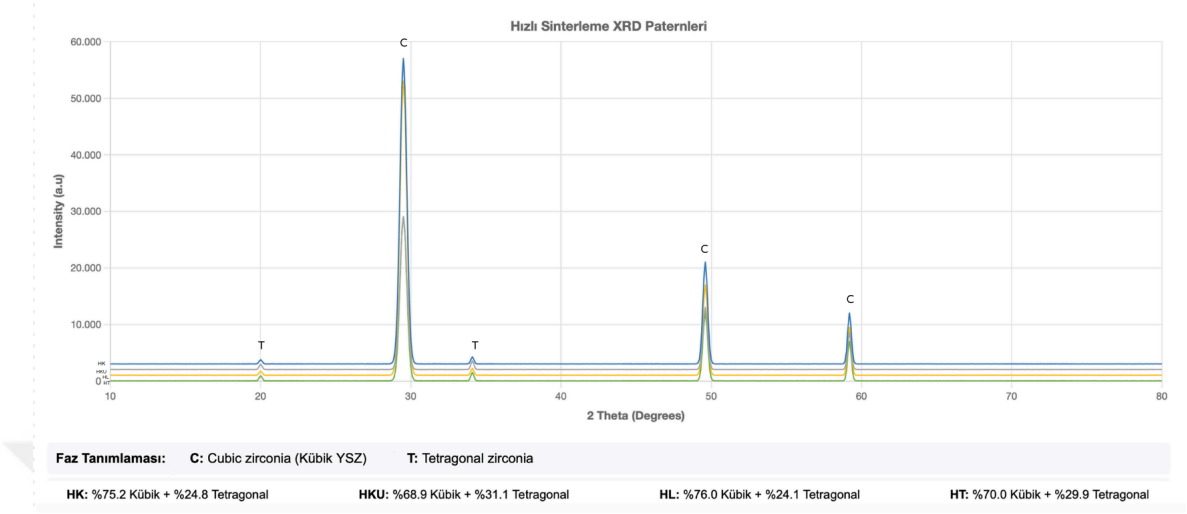
Şekil 4. 7: Tüm grupların kübik/tetragonal faz içerik oranları grafiği



Şekil 4. 8: Klasik sinterleme uygulanan örneklerin faz içeriklerine ait karakteristik pik grafiği



Şekil 4. 9: Orta hız sinterleme uygulanan örneklerin faz içeriklerine ait karakteristik pik grafiği



Şekil 4. 10: Hızlı sinterleme uygulanan örneklerin faz içeirklerine ait karakteristik pik grafiği

4.3.2. XRD Analizine Göre Faz Hacim oranları

Zirkonyaya ait kübik ve tetragonal faz hacim (%) değerleri her bir örnek için aşağıdaki formüller kullanılarak hesaplandı:

$$V_{(i)} = X_{(i)} \times V_{o(i)} \quad \text{(Eş X.X)}$$

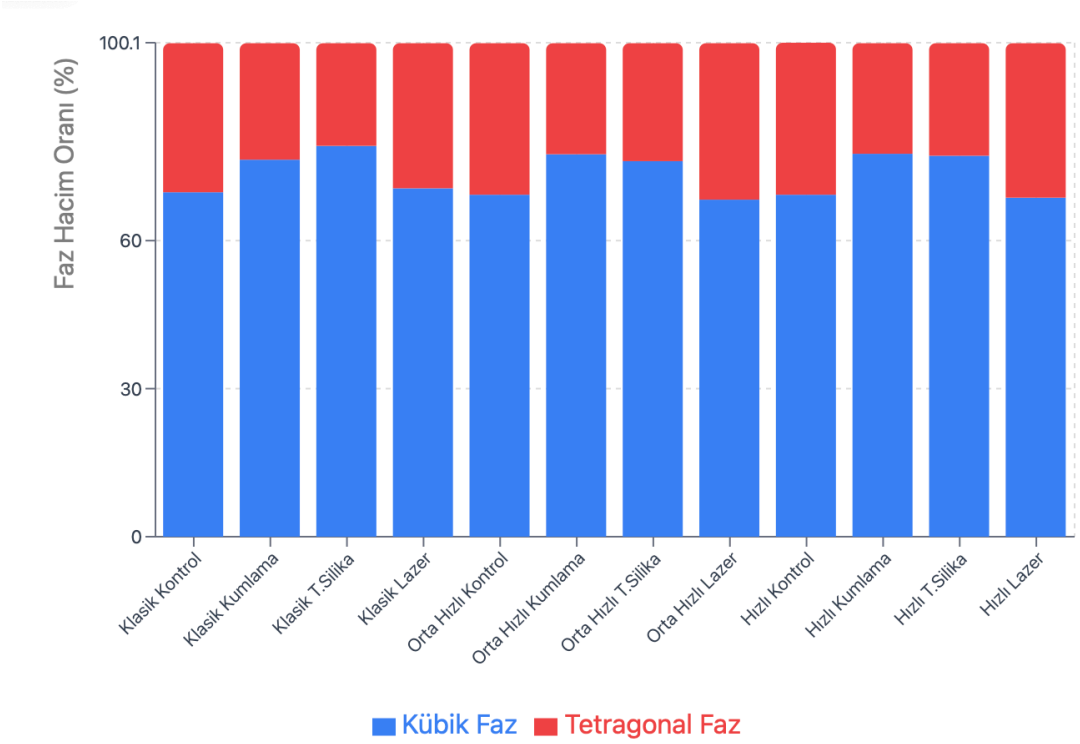
$$\text{Hacim Oranı}_{(i)}\ (\%) = [V_{(i)} / \sum V_{(i)}] \times 100 \quad \text{(Eş X.X)}$$

Bu formüllerde, $X_{(i)}$ intensity oranı yöntemi ile belirlenen faz içeriğini, $V_{o(i)}$ ilgili fazın birim hücre hacmini, $V_{(i)}$ ise i-fazının ağırlıklı hacmini göstermektedir. Hesaplamalarda kübik faz için birim hücre hacmi ~134 Ų, tetragonal faz için ~67.5 Ų değerleri kullanılmıştır. Bu yaklaşım, farklı kristal yapıların birim hücre hacim farklılıklarını dikkate alarak gerçek üç boyutlu faz dağılımının belirlenmesini sağlamaktadır.

Farklı kompozisyon ve işlem koşullarına sahip zirkonya örneklere ait kübik ve tetragonal faz hacim (%) değerleri Tablo 4.17' de; faz hacim oranları grafiği Şekil 4.11'de verilmiştir.

Tablo 4. 17: XRD Analizine göre faz hacim verileri.(%) K:Kübik faz. T:Tetragonal faz

SİNTERLEME	YÜZEY İŞLEMİ	FAZ	1	2	3	4	ORT.	S.S.
KLASIK	Kontrol	K	69.6	68.9	71.7	69.1	69.8	± 1.3
		T	30.4	31.1	28.3	30.9	30.2	± 1.3
	Kumlama	K	73.1	79.1	75.7	77.7	76.4	± 2.6
		T	26.9	20.9	24.3	22.3	23.6	± 2.6
	T. Silika	K	79.4	79.0	80.1	78.2	79.2	± 0.8
		T	20.6	21.0	19.9	21.8	20.8	± 0.8
	Lazer	K	71.4	70.1	71.9	69.0	70.6	± 1.3
		T	28.6	29.9	28.1	31.0	29.4	± 1.3
ORTA HIZLI	Kontrol	K	70.8	68.8	69.5	68.1	69.3	± 1.2
		T	29.2	31.2	30.5	31.9	30.7	± 1.2
	Kumlama	K	79.7	78.9	79.2	72.3	77.5	± 3.5
		T	20.3	21.1	20.8	27.7	22.5	± 3.5
	T.Silika	K	78.5	79.5	70.2	76.1	76.1	± 4.2
		T	21.5	20.5	29.8	23.9	23.9	± 4.2
	Lazer	K	69.6	66.7	65.1	71.7	68.3	± 2.9
		T	30.4	33.3	34.9	28.3	31.7	± 2.9
HIZLI	Kontrol	K	71.4	69.4	66.3	69.9	69.3	± 2.1
		T	28.6	30.6	33.7	30.1	30.8	± 2.1
	Kumlama	K	80.1	79.9	81.1	69.4	77.6	± 5.5
		T	19.9	20.1	18.9	30.6	22.4	± 5.5
	T.Silika	K	79.4	80.3	73.6	75.5	77.2	± 3.2
		T	20.6	19.7	26.4	24.5	22.8	± 3.2
	Lazer	K	69.9	69.5	66.4	69.1	68.7	± 1.6
		T	30.1	30.5	33.6	30.9	31.3	± 1.6

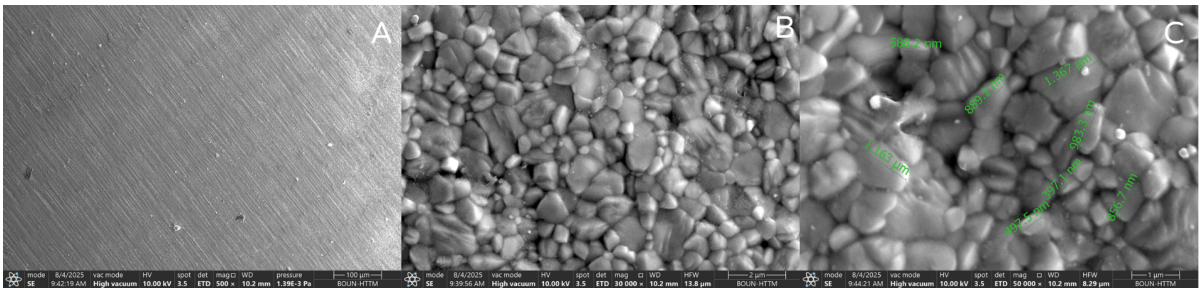


Şekil 4. 11: Tüm grupların kübik/tetragonal faz hacim oranları grafiği

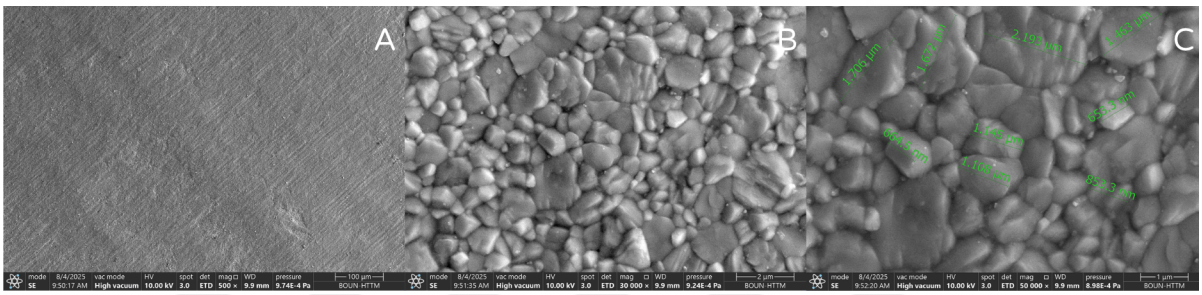
4.4. SEM ANALİZİ BULGULARI

4.4.1. Kontrol Grubu Sem Analizi Bulguları

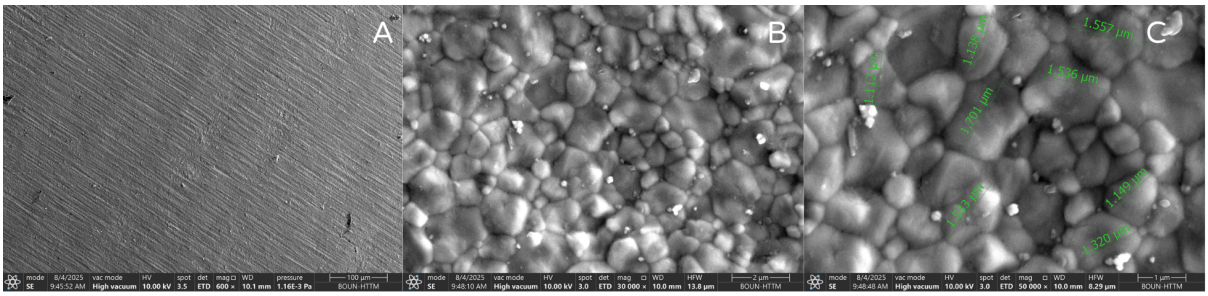
Sinterleme protokolünün zirkonyanın yüzey topografisine etkisi, yüzey pürüzlendirme işlemi uygulanmamış kontrol grupları içerisinden rastgele birer örnek seçilerek SEM analizi ile incelenmiştir. Klasik, Orta ve Hızlı sinterleme protokollerine ait 3 farklı büyütme altında (X500, X30000, X50000) alınan SEM görüntüleri Şekil 4.12, Şekil 4.13 ve Şekil 4.14'te verilmiştir.



Şekil 4. 12: Klasik sinterleme kontrol grubu SEM görüntüsü A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme



Şekil 4. 13: Orta sinterleme kontrol grubu SEM görüntüsü. A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme



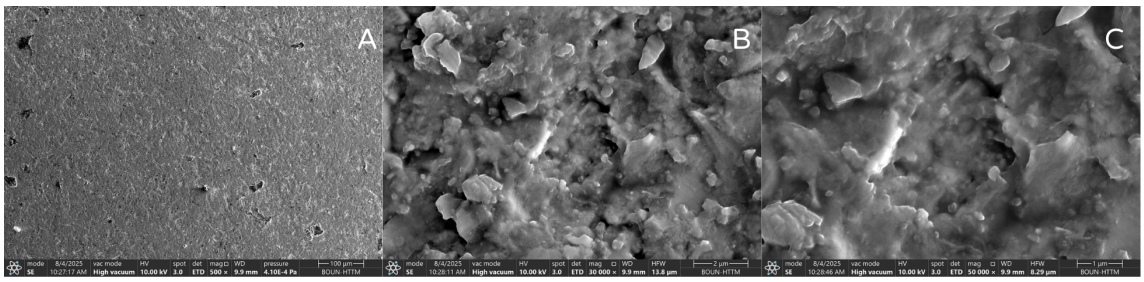
Şekil 4. 14: Hızlı sinterleme kontrol grubu SEM görüntüsü. A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme

Klasik sinterleme protokolü uygulanan örneklerde, 500x büyütmede homojen ve düzgün yüzey topografyası gözlenirken, 30000x büyütmede düzgün tane morfolojisi ve net tanımlanmış tane sınırları tespit edilmiştir. 50000x büyütmede tane sınırları temiz ve düzenli görünümde olup, homojen dağılım sergilemiş, bu durum klasik sinterlemenin yeterli yoğunlaşma ve mikroyapısal gelişim sağladığını göstermektedir. Orta hızlı sinterleme grubu, makroskopik düzeyde klasik sinterleme ile benzer homojenlik sergilemektedir. 30000x

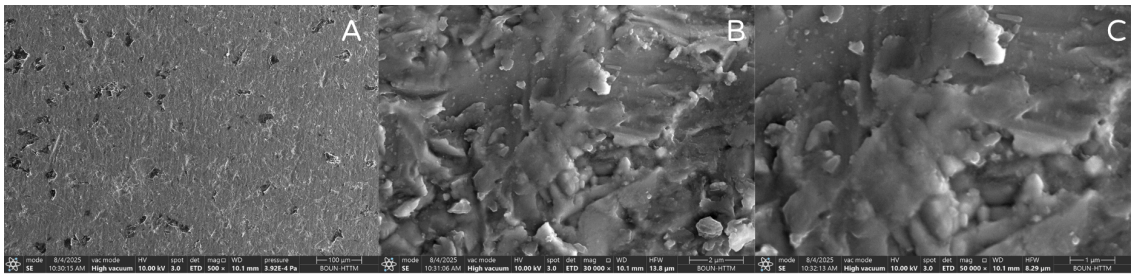
büyütmede görsel olarak daha kompakt tane yapısı gözlenmiş, bu durum orta hızlı sinterlemenin tane büyümesi kinetiklerini farklı şekilde etkilediğini göstermektedir. 50000x büyütmede tane sınırları düzenli ve temiz görünümünü korumuş, sinterleme kalitesinin yeterli düzeyde olduğu tespit edilmiştir. Hızlı sinterleme protokolü ise diğer gruplardan belirgin şekilde ayrışmıştır. Makroskopik homojenlik korunmasına rağmen, 30000x büyütmede mikroyapısal heterojenlik ve bazı bölgelerde sinterleme yetersizliği belirtileri gözlenmiştir. Tanecikler arası boşlukların daha belirgin hale gelmesi ve 50000x büyütmede tane sınırlarında düzensizlikler tespit edilmesi, hızlı sinterlemenin difüzyon süreçlerini olumsuz etkileyerek mikroyapısal homojenliği azalttığını ortaya koymuştur.

4.4.2. Kumlama Grubu SEM Analizi Bulguları

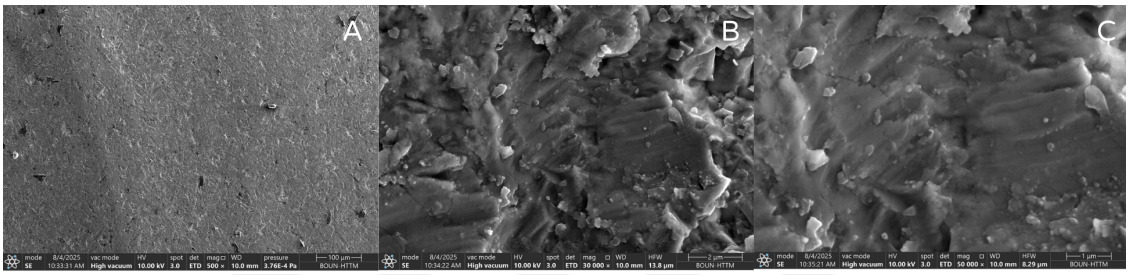
Klasik, orta ve hızlı sinterleme protokolünde kumlama ile yüzey pürüzlendirme işlemi yapılmasının zirkonyanın yüzey topografisine etkisi, her gruptan rastgele birer örnek seçilerek SEM analizi ile incelenmiştir. Her birine kumlama uygulanmış Klasik, Orta ve Hızlı sinterleme protokollerine ait 3 farklı büyütme altında (X500, X30000, X50000) alınan SEM görüntüleri Şekil 4.15, Şekil 4.16 ve Şekil 4.17'de verilmiştir.



Şekil 4. 15: Klasik sinterleme kumlama grubu SEM görüntüsü A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme



Şekil 4. 16: Orta sinterleme kumlama grubu SEM görüntüsü A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme



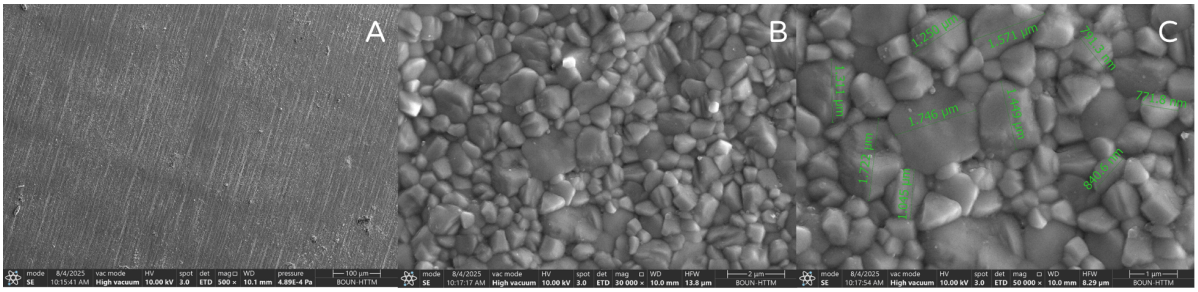
Şekil 4. 17: Hızlı sinterleme kumlama grubu SEM görüntüsü A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000X büyütme

Klasik sinterleme grubu, 500x büyütmede kontrol grubunun düzgün yüzey topografyasından belirgin şekilde farklılaşan homojen pürüzlendirilmiş morfoloji sergilemektedir. Kumlama işleminin yüzey üzerinde uniform abrazif etki oluşturduğu tespit edilmiştir. 30000x büyütmede kontrol grubunun düzgün tane yapısının aksine mikroçukurlar ve çıkıntılar oluşmuş yine de mikroyapısal bütünlük büyük ölçüde korunmuştur. 50000x büyütmede kontrol grubundaki temiz tane sınırlarının yerini pürüzlendirilmiş yüksek yüzey enerjili yapı almış, temel kristal yapı korunarak kontrollü yüzey pürüzlendirmesi gerçekleşmiştir. Orta hızlı sinterleme grubu, makroskopik düzeyde klasik sinterlemeye benzer homojen pürüzlendirme dağılımı göstermiş ancak mikroyapısal farklılıklar ortaya çıkmıştır. Kontrol grubunun kompakt tane yapısından daha belirgin topografik değişikliklere dönüşüm gözlenmiş, 30000x büyütmede klasik sinterleme grubuna kıyasla daha keskin kenarlı mikroyapılar ve orta hızlı sinterlemenin ince tane yapısının kumlama işlemine farklı yanıt verdiği tespit edilmiştir. Tane sınırı bütünlüğünde daha belirgin bozulmalar meydana gelmiş ve 50000x büyütmede yüzey pürüzlülüğü artışı klasik sinterlemeye göre daha düzensiz karakter sergilemiştir. Hızlı sinterleme grubunda kontrol grubundaki zayıf mikroyapısal bütünlüğün kumlama işlemi sonrası mikroyapıda aşırı düzensizliğe yol açtığı

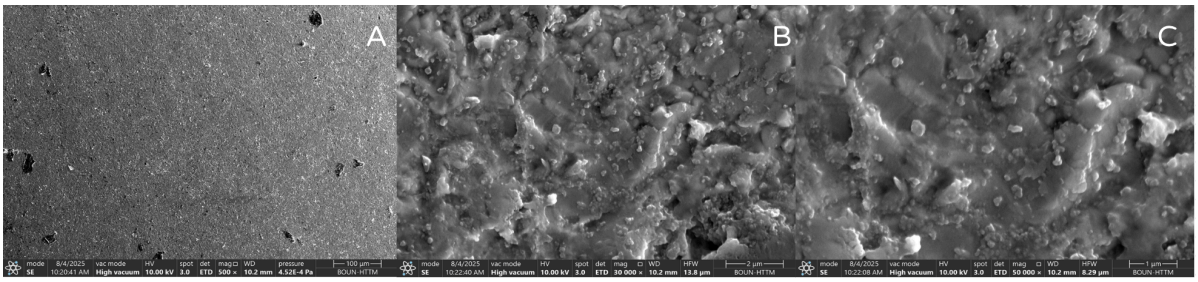
gözlenmiştir. 30000x kontrolsüz yüzey hasarlanması ve tanecikler arası boşluk genişlemeleri meydana geldiği tespit edilmiştir. 50000x büyütmede tanelerde ayrışma, mikroçatlak oluşumları ve tane sınırlarında daha da bozulduğu görülmektedir. Bu bulgular, sinterleme kalitesinin yüzey işlemi başarısı açısından kritik önemde olduğunu, klasik sinterlemenin optimal pürüzlendirme için en uygun mikroyapısal temel sağladığını, hızlı sinterlemenin ise yetersiz mekanik direnç oluşturduğunu ortaya koymaktadır.

4.4.3. Tribokimyasal Silika Kaplama SEM Analizi Bulguları

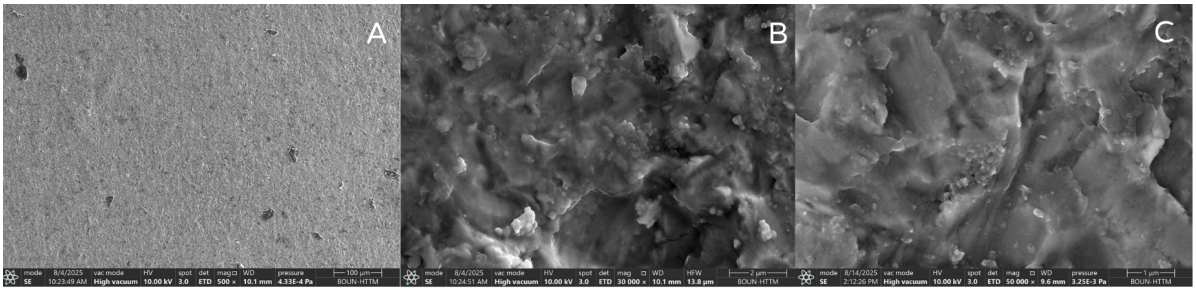
Klasik, orta ve hızlı sinterleme protokolünde tribokimyasal silika kaplama ile yüzey pürüzlendirme işlemi yapılmasının zirkonyanın yüzey topografisine etkisi, her gruptan rastgele birer örnek seçilerek SEM analizi ile incelenmiştir. Her birine tribokimyasal silika kaplama uygulanmış Klasik, Orta ve Hızlı sinterleme protokollerine ait 3 farklı büyütme altında (X500, X30000, X50000) alınan SEM görüntüleri Şekil 4.18, Şekil 4.19 ve Şekil 4. 20'de verilmiştir.



Şekil 4. 18: Klasik sinterleme tribokimyasal silika grubu A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme



Şekil 4. 19: Orta sinterleme tribokimyasal silika grubu. A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme

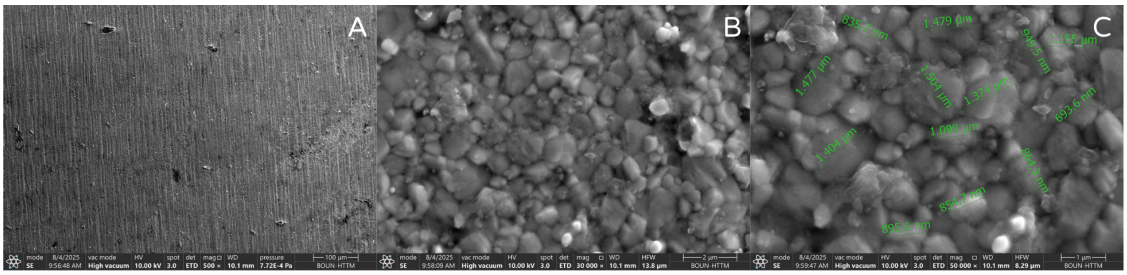


Şekil 4. 20: Hızlı sinterleme tribokimyasal silika grubu. A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme

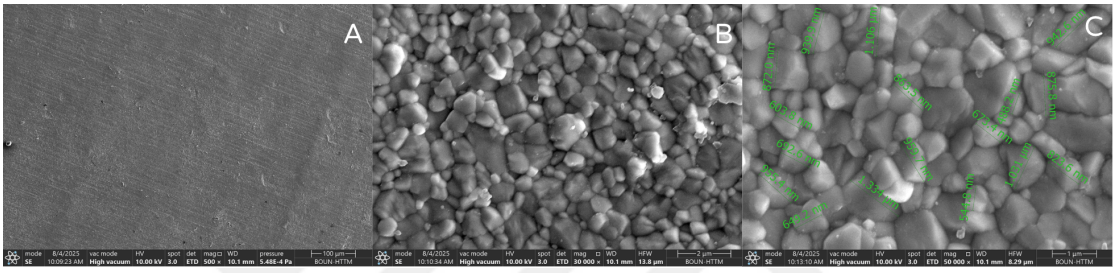
Klasik sinterleme grubu, 500x silika partikül dağılımı göstererek farklılaşmış, tribokimyasal kaplamanın yüzey üzerinde mikromekanik retansiyon alanları oluşturduğu gözlenmiştir. 30.000x büyütmede kumlama grubunun agresif pürüzlendirmesinden farklı olarak daha kontrollü yüzey modifikasyonu gerçekleşmiş, silika partiküllerinin homojen dağılım sergilediği tespit edilmiştir. 50000x büyütmede nanometre seviyesinde kontrol grubunun düzgün yüzeyi ile kumlama grubunun agresif işlemi arasında optimal yüzey aktivasyonu sağlandığı görülmektedir. Orta hızlı sinterleme grubu ise makroskopik düzeyde klasik sinterlemeye benzer silika partikülü dağılımı göstermiştir. Kontrol grubunun kompakt tane yapısından kaynaklanan özellikler tribokimyasal işlem sonucunu etkilemiş, 30000x büyütmede klasik sinterlemeye kıyasla daha heterojen silika dağılımı ve bazı bölgelerde partikül kümelenmesi gözlenmiştir. 50000x büyütmede silika-zirkonya arayüzü klasik sinterleme grubundan daha düzensiz karakter sergilemiş ve yüzey modifikasyon homojenliğinde azalma tespit edilmiştir.

4.4.4. Lazer ile Pürüzlendirme Grubu SEM Analizi Bulguları

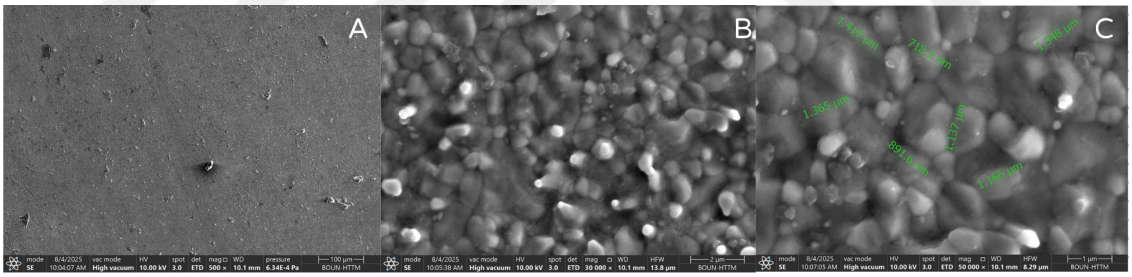
Klasik, orta ve hızlı sinterleme protokolünde lazer ile yüzey pürüzlendirme işlemi yapılmasının zirkonyanın yüzey topografisine etkisi, her gruptan rastgele birer örnek seçilerek SEM analizi ile incelenmiştir. Her birine lazer uygulanmış Klasik, Orta ve Hızlı sinterleme protokollerine ait 3 farklı büyütme altında (X500, X30000, X50000) alınan SEM görüntüleri Şekil 4.21, Şekil 4.22 ve Şekil 4.23'te verilmiştir.



Şekil 4. 21: Klasik Sinterleme Lazer grubu SEM görüntüsü. A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme



Şekil 4. 22: Orta sinterleme lazer grubu. A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme



Şekil 4. 23:Hızlı sinterleme lazer grubu. A:500x büyütme B:30000x büyütme C:50000x büyütme

Klasik sinterleme grubu, 500x büyütmede kontrol grubunun düzgün yüzey topografyasından farklı görüntü sunmaktadır. Ayrıca, kumlama grubunun agresif mekanik pürüzlendirmesi ve tribokimyasal silika grubunun partikül kaplı yüzeyinden de ayrışmaktadır. 30000x büyütmede, kumlama ve tribokimyasal silika işlemindeki kontrolsüz hasarlanma heterojen dağılımdan farklı olarak homojen bir görüntü mevcuttur. Düzenli yüzey geometrisi görülmektedir. Hızlı sinterlemede, 50000x büyütmede lazer ablasyonunun oluşturduğu yüzey özellikleri kumlama grubundaki agresif hasarlanma ve tribokimyasal

silika grubundaki zayıf kaplama kalitesine benzer şekilde çok daha düzensiz karakter sergilemiştir.

Bu bulgular, sinterleme kalitesinin tüm yüzey işlemi türleri için kritik önem taşıdığını, klasik sinterlemenin kumlama, tribokimyasal silika ve lazer pürüzlendirme işlemleri için optimal mikroyapısal temel sağladığını, lazer pürüzlendirmenin diğer yöntemlere kıyasla daha kontrollü sonuçlar verdiğini ancak başarısının yine sinterleme protokolüyle doğrudan ilişkili olduğunu ortaya koymaktadır.

5. TARTIŞMA

Farklı sinterleme protokolleri uygulanmış monolitik zirkonya örneklerine uygulanan farklı yüzey pürüzlendirme işlemlerinin yüzey pürüzlülüğü, faz dönüşümü ve biaksiyal bükülme dayanımı üzerindeki etkilerinin in vitro şekilde değerlendirildiği tez çalışmamızda elde edilen bulgular birden fazla önemli sonucu ortaya koymuştur. Farklı sinterleme teknikleri ve yüzey işlemlerinin kombinasyonunun monolitik zirkonyanın faz dönüşümünde anlamlı değişikliklere yol açacağı yönünde kurulan başlangıç hipotezi kabul edilmiştir. Benzer şekilde, farklı sinterleme teknikleri ile yüzey işlemlerinin kombinasyonunda yüzey pürüzlülüğünde anlamlı farklar mevcut olacağı ve farklı sinterleme protokollerinin monolitik zirkonyanın bükülme dayanımını etkileyeceği yönünde kurulan hipotezler kabul edilmiştir. Sinterleme protokolü ile yüzey pürüzlendirme yöntemi arasındaki etkileşim etkisinin varlığına ilişkin hipotez ise kısmen reddedilmiştir.

Son yıllarda dental seramiklerde yaşanan en önemli gelişmelerden biri, monolitik zirkonya restorasyonların geleneksel veneerlenmiş zirkonya altyapılı sistemlere üstünlüğünün klinik olarak kanıtlanması olmuştur. Tajti ve ark., tarafından yapılan çalışmada, monolitik zirkonya restorasyonlarda chipping oranının önemli ölçüde düşük olduğu bildirilmiştir. Bu durum, dental pratikte monolitik zirkonya tercih edilmesinin temel klinik gerekçesini oluşturmaktadır (127). Lolos ve ark., tarafından yapılan monolitik ve tabakalı zirkonyum restorasyonların 5 yıllık takibinde, monolitik restorasyonların %100 sağkalım oranına ulaştığı, tabakalı restorasyonların ise %95,8 sağkalım gösterdiği bildirilmiştir. Bu çalışmada tabakalı restorasyonlardaki başarısızlıkların temel olarak 1,5 mm'yi aşan desteksiz feldspatik seramikten kaynaklanan chippingle ilişkili olduğu tespit edilmiştir (128). Monolitik zirkonyanın dental pratikte bu denli başarılı sonuçlar göstermesi dolayısıyla, çalışmamızda materyal olarak tercih edilmiştir. Literatüre bu materyalin kullanımıyla ilgili yeni çalışmalar eklemek hedeflenmiştir.

Monolitik zirkonyalar, kısmen stabilize ytrium yüzdesine göre 3Y-TZP, 4Y-TZP ve 5Y-TZP olarak sınıflandırılmaktadır. 3Y-TZP yapısındaki birinci nesil zirkonyalar, %85-90 tetragonal faz içerir ve yüksek mekanik özellikler sergiler. Işık geçirgenlikleri yetersiz

olduğu için genellikle kor materyali olarak tercih edilir ve renklenmiş dişlerin maskelenmesinde avantaj sağlarlar. Ancak, sinterizasyon sıcaklıkları değiştirilerek ışık geçirgenlikleri arttırılabilir (12). İkinci nesil zirkonyalar, 3Y-TZP zirkonyalarındaki moleküler değişiklikler ile geliştirilmiştir. Bu süreçte, Al_2O_3 miktarı ve büyüklüğü azaltılarak daha translüsent bir materyal elde edilmiştir. Yapılan çalışmalarda, bu değişikliklerin mekanik özellikleri iyileştirdiği ve hidrotermal yaşlandırmaya karşı daha dayanıklı olduğu sonucuna ulaşılmıştır (9). 5Y-TZP yapısındaki üçüncü nesil zirkonyalar, kristal yapının modifikasyonu ile üretilmiştir. Bu tür, diğerlerinden farklı olarak hem tetragonal hem de %50'den fazla kübik faz içerir ve tam stabilize formda bulunur. Bu nesil, daha yüksek translusensiye sahip olsa da, mekanik özellikler açısından birinci ve ikinci nesil zirkonyalarla kıyaslandığında daha dayanıksızdır (13). 5Y-TZP içerikli monolitik zirkonya materyallerinin gelişimi, daha iyi estetik ile klinik dayanıklılığın birleştirilmesinde önemli bir adımdır. Çalışmamızda kullanılan monolitik zirkonya materyali de 5-YTZP kimyasal içeriğine sahiptir. 5Y-TZP'nin mekanik özellikleri, 373-584 MPa bükülme dayanımı göstermektedir. Bu değerler, çoğu klinik uygulama için yeterli olup, daha önce sadece cam seramiklerle ilişkilendirilen estetik özellikleri de beraberinde sunmaktadır. Klinik çalışmalar, ölçülebilir materyal aşınması olmadığını ve karşıt mine aşınmasının doğal diş yapısına benzer olduğunu göstermektedir (120). Da Silva ve ark. tarafından yapılan çalışmada, 5YTZ-P yapısındaki materyalin mekanik özelliklerinin detaylı analizi yapılmıştır. 5-YTZP'nin bükülme dayanımı ortalama 528 MPa olarak tespit edilmiştir. Bu materyalin bükülme dayanımı değerlerinin 3-YTZP ve 4-YTZP'den anlamlı şekilde düşük olduğu belirtilmiştir (129).

Tek seans monolitik zirkonya üretiminin entegrasyonu, diş hekimliği uygulamalarında köklü bir dönüşüm yaratmıştır. Tek seans tedaviler, özellikle tek üye restorasyonlarda, hasta ve hekim açısından oldukça konforlu bir seçenektir. Monolitik zirkonyada üretim süresini kısaltmak için sinterleme protokollerinde farklılığa gidilme ihtiyacı doğmuştur. Bu çalışmada da farklı sinterleme protokollerinin materyalin fiziksel ve kimyasal özelliklerine etkisini değerlendirmek hedeflenmiştir.

Sinterleme, zirkonya materyalinin klinik kullanıma uygun özellikler kazanması için kritik öneme sahip bir ısıl işlem sürecidir. Bu işlem sırasında önceden şekillendirilmiş

zirkonya yapıları yüksek sıcaklıklarda ısıtılarak, partiküller arasındaki porozitelerin elimine edilmesi ve materyalin tam yoğunluğa ulaşması sağlanmaktadır (130,131). Klasik sinterleme protokolleri, zirkonyaya gerekli mekanik dayanım, biyouyumluluk ve estetik özellikleri kazandırmak için 1450-1550°C sıcaklık aralığında 6-12 saatlik uzun süreli işlemler gerektirmektedir (132). Ancak, modern diş hekimliğinde artan tek seans tedavi talebi ve chairside uygulamaların yaygınlaşması, sinterleme sürelerinin kısaltılmasına yönelik ihtiyacı ortaya çıkarmıştır (133). Bu bağlamda hızlı sinterleme teknikleri, klasik sinterlemeye kıyasla önemli ölçüde kısaltılmış sürelerde benzer veya daha üstün fiziksel ve mekanik özellikler elde edilebilmesine olanak tanıyarak, dental laboratuvar ve klinik uygulamalarda devrim niteliği taşımaktadır (103). Hızlı sinterlemenin temel avantajları arasında; işlem süresinin azaltılması, enerji tüketiminin düşürülmesi, üretim maliyetlerinin azaltılması ve hasta bekleme sürelerinin minimalize edilmesi yer almaktadır (134). Kaizer ve ark. tarafından monolitik zirkonya üzerinde gerçekleştirilen çalışmada, mevcut çalışmamızdaki protokollere benzer şekilde üç farklı sinterleme protokolü uygulanmıştır (135). Araştırmacıların uzun süreli sinterleme protokolü; çalışmamızdaki klasik sinterleme protokolüyle, hızlı sinterleme protokolü orta sinterleme protokolümüzle ve süper hızlı sinterleme protokolü hızlı sinterleme protokolümüzle benzerlik göstermektedir. Klasik sinterleme ile elde edilen bükülme dayanımı değerine kıyasla, hızlı ve süper hızlı sinterlenen örneklerin bükülme dayanımı değerinde artış görülmüştür. Ancak, sinterleme hızındaki artışın neden üstün bükülme dayanımına yol açabileceğinin belirsiz olduğunu belirtmişlerdir. Bu bulgu, daha kısa süreli sinterleme protokollerinin zirkonyanın mekanik özellikleri üzerindeki etkilerinin henüz tam olarak anlaşılmadığını ve bu konuda daha fazla araştırmaya ihtiyaç duyulduğunu göstermektedir.

Ahmed ve ark., tarafından yapılan çalışmada, hızlı sinterlemenin standart sinterleme protokolüne kıyasla monolitik zirkonya kronların marjinal uyumunda daha büyük marjinal uyumsuzluğa yol açtığı rapor edilmiştir (136). Ancak, Nakamura ve ark., hızlı sinterlenmiş zirkonya restorasyonların marjinal uyumunun klinik olarak kabul edilebilir seviyede olduğu gösterilmişlerdir (137). Liu ve ark., hızlı sinterleme protokollerinin Y-TZP'nin optik ve mekanik özelliklerini olumsuz etkilemediği, hatta bazı durumlarda klasik sinterlemeye üstün sonuçlar verdiği rapor edilmiştir (138). Benzer şekilde, önceki bir çalışmada, güncel hızlı

sinterleme protokollerinin zirkonyaların translusensi özelliklerini kısmen etkileyebileceği ancak mekanik dayanımlarında herhangi bir olumsuz değişiklik oluşturmadığı gösterilmiştir (139). Bu çalışmada, güncel literatürde belirtilen bu yenilikleri takiben, farklı süre ve sıcaklıklardaki sinterleme protokollerinin zirkonya restorasyonların özelliklerine etkilerinin yanı sıra, hızlı sinterlemenin potansiyel kısıtlayıcı etkilerinin de araştırılması amaçlanmıştır. Özellikle uzun dönem klinik başarı için kritik öneme sahip yüzey pürüzlendirme işlemlerinin (kumlama, tribokimyasal silika kaplama ve Er:YAG lazer uygulaması) farklı sinterleme protokolleri ile kombine etkisinin olup olmadığının belirlenmesi, hem sinterleme hem de yüzey işlem parametrelerinin optimize edilmesi açısından büyük önem taşımaktadır.

Zirkonya restorasyonlarda uzun dönem klinik başarı için yüzey pürüzlendirme işlemleri, simantasyon kalitesi ve bağlanma dayanımının optimizasyonu açısından önemlidir. (140). Zirkonyanın polikristalin yapısı ve silika içermemesi nedeniyle geleneksel hidroflorik asit ile asitleme yöntemlerinin etkisiz kalması, alternatif yüzey modifikasyon tekniklerinin geliştirilmesini zorunlu kılmıştır (141,142). Al-Amari ve ark., farklı yüzey işlemlerinin kombine uygulanmasının zirkonya-rezin siman arasındaki bağlanma dayanımını önemli ölçüde artırdığı vurgulamışlardır (141) . Li ve arkadaşları ise, 25-53 μm partikül boyutundaki ince Al_2O_3 kumlamanın, 110-150 μm partikül boyutuna sahip kaba kumlamaya kıyasla daha yüksek anlık bağlanma dayanımı sağladığını rapor etmişlerdir (143). Son yıllarda özellikle Er:YAG lazer teknolojisinin dental kliniklerde yaygınlaşması ile birlikte, bu lazer sisteminin yüzey pürüzlendirme amaçlı kullanımı da giderek artış göstermektedir(144,145). Er:YAG lazerinin 2940 nm dalga boyunun su ve hidroksiapatite olan yüksek affinitesi, termal hasar riski olmadan etkili yüzey modifikasyonu imkanı sunmaktadır (146). Özellikle bu lazerlerin periodontal tedavi, endodontik uygulamalar, kemik cerrahisi ve yumuşak doku müdahaleleri gibi çok sayıda dental prosedürde rutin olarak kullanılıyor olması, yüzey pürüzlendirme işlemleri için ek bir cihaz edinme maliyetini ortadan kaldırmakta ve maliyet-etkinlik açısından önemli avantaj sağlamaktadır (147,148). Abdullah ve arkadaşlarının in-vitro çalışmasında, Er:YAG lazer uygulamasının üç farklı monolitik zirkonya türünde yüzey pürüzlülüğünü artırdığı ve ıslatılabilirlik özelliklerini iyileştirdiği gösterilmiştir (149). Bu çalışmada, güncel literatürde belirtilen bu gelişmeleri takiben, farklı sinterleme protokollerinin yüzey pürüzlendirme işlemleri ile etkileşim halinde olup olmadığının

araştırılması ve optimal sinterleme-yüzey işlemi kombinasyonlarının belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu sayede klinik uygulamada belirli bir sinterleme protokolü seçildiğinde, en uygun yüzey pürüzlendirme yönteminin seçilmesine rehberlik edecek bilimsel veri elde edilmesi hedeflenmiştir.

Yüzey pürüzlülüğünün ölçülmesinde, mekanik profilometreler, özellikle in-vitro çalışmalarda sıkça tercih edilmektedir. Yüzeyin fiziksel özelliklerini ve pürüzlülüğünü oldukça hassas bir şekilde belirleyerek, diş hekimliğinde kullanılan materyallerin yüzey özelliklerinin detaylı bir şekilde incelenmesine olanak tanır. Mekanik profilometrelerin avantajı, özellikle küçük pürüzlülük değişimlerini bile ölçebilme kapasitesidir (31). Barreto ve ark. yaptığı güncel çalışmasında benzer şekilde mekanik profilometre kullanılarak zirkonya yüzeylerinin Ra değerleri ölçülmüş ve bu yöntemin dental seramiklerde etkili sonuçlar verdiği bildirilmiştir (150). Ayrıca Morsy ve ark.'ın yayınladığı çalışmada da mekanik profilometre ile dental materyallerin yüzey pürüzlülük analizi başarıyla gerçekleştirilmiştir (151). Yüzeylerin profilometre analizinde, yüzey pürüzlülüğünü daha iyi tanımlamak ve karşılaştırmalar yapabilmek için çeşitli parametreler kullanılır.

Çalışmamızda Ra değerleri açısından sinterleme protokolleri arasında anlamlı fark bulunması ($p=0,011$), özellikle hızlı ve orta hızlı sinterleme arasındaki farkın anlamlı olması ($p=0,013$), sinterleme koşullarının yüzey kalitesi üzerindeki etkisini göstermektedir. Hızlı sinterleme protokolünün genel olarak daha yüksek Ra değerleri üretmesi, kısa sinterleme süresinin yüzey homojenitesini olumsuz etkilediğini düşündürmektedir. Bu bulgu, bükülme dayanımı sonuçlarımızla da uyumludur; hızlı sinterleme hem mekanik özelliklerde hem de yüzey kalitesinde düşük performans göstermiştir. Rz değerlerinde sinterleme protokolleri arasında anlamlı fark bulunmaması ($p=0,088$), Ra'ya kıyasla Rz'nin sinterleme koşullarına daha az duyarlı olduğunu göstermektedir. Bu durum, Rz'nin maksimum yükseklik farkını ölçmesi nedeniyle sinterleme kaynaklı küçük yüzey değişimlerini Ra kadar hassas şekilde yansıtmamasıyla açıklanabilir. Araştırmaların çoğu sinterleme protokolleri veya yüzey işlemlerini bağımsız olarak incelemekte, etkileşim etkilerini analiz eden çalışma bulunmamaktadır.

Kumlama en yaygın kullanılan klinik yöntem olmaya devam etmektedir. 50 μm Al_2O_3 partikülleri ile 1-2 Atm basınçta 15 saniye optimal parametreler olarak belirlenmiştir (93,169). Bu protokol, primer sistemlerine bağlı olarak yüksek bağlanma dayanımları elde etmekte, MDP içeren primerler üstün performans göstermektedir.Bununla beraber, son çalışmalarda, araştırmacılar kumlamanın klinikteki başarısızlıkları hızlandırabilen yüzey kusurlarıyla ilgili endişelerini dile getirmişlerdir. Al_2O_3 ile yapılan kumlamanın, yüksek dayanıklı seramiklerin yüzey bütünlüğüne zarar verebileceği belirtilmiş ve bu sebeple kumlama işleminin uygulanmaması ya da düşük basınçla yapılması önerilmiştir. Abraziv işlemler sırasında materyalin yüzeyindeki tetragonal kristaller, monoklinik faza geçerek yüzeyin mikron boyutundaki alt tabakalarında baskı kuvveti oluşturabilir. Faz dönüşümü sonucu oluşan bu tabaka, zirkonya seramiklerin mekanik ve aşınma direnci gibi fiziksel özelliklerini artırırken, bu tabakanın kalınlığının aşırı artması materyalde çatlakların oluşmasına yol açabilir. Uzun süreli abraziv işlemler, restorasyonun uzun dönem başarısını tehlikeye atabilir (152). Bu faz dönüşümünü engellemek veya tersine çevirmek amacıyla, bazı çalışmalar kumlama işleminden sonra zirkonya seramiklerine ısı uygulamayı önermekte, diğer çalışmalar ise sinterlemeden önce kumlama yapılmasını önermektedir (23,153).

Tribokimyasal silika kaplama yöntemi, konvansiyonel alümina kumlamaya kıyasla üstün uzun dönem dayanıklılık göstermektedir. Silika kaplama, yüzey silika içeriğini %19,7 ağırlık yüzdesine çıkararak etkili silanizasyon için kimyasal bağlanma sağlamaktadır. 10-MDP içeren siman, tribokimyasal işlemle başlangıç bağlanma dayanımı sonuçlarını koruyarak konvansiyonel sistemlerden daha iyi yaşlanma direnci göstermektedir. Alves ve ark., konvansiyonel ve self adeziv rezin simanlar kullanarak farklı yüzey işlemlerinin zirkonyanın dentine bağlantısına olan etkilerini incelemişlerdir. Çalışmada, uygulanan yüzey işlemlerinin bağlanma dayanımını önemli ölçüde etkilediği, ancak siman türünün bu bağlanma dayanımını etkilemediği bulunmuştur. Cojet ve Rocatec sistemlerinin hem konvansiyonel hem de self adeziv rezin simanlar üzerinde önemli bir fark göstermediği belirtilmiştir. Bu sonuçlar, her iki sistemin de zirkonya yüzeyleriyle yapılan bağlantılarda benzer performans sergilediğini göstermektedir (154). Çalışmamızda da tribokimyasal silika kaplama yöntemlerinden Cojet yöntemi tercih edilmiştir. Çalışmamızda, kumlama ve tribokimyasal silika grupları arasında yüzey pürüzlülüğünde anlamlı fark bulunmaması

(p=0,386), bu iki mekanik pürüzlendirme yönteminin benzer etkinlik gösterdiğini ortaya koymakta ve güncel literatürdeki bulguları desteklemektedir. Lima ve ark., tarafından yapılan bir başka çalışmada, tribokimyasal silika kaplama ve alümina kumlama arasındaki bağlantı dayanımı performansı değerlendirilmiştir. Yaşlandırma işlemi öncesi 8 çalışmada tribokimyasal silika kaplama daha yüksek bağlantı dayanımı gösterirken, 9 çalışmada iki yöntem arasında anlamlı fark bulunmamıştır ($p \geq 0,05$)**.** Bu bulgu, mevcut çalışmamızda Ra değerleri açısından kumlama ve tribokimyasal silika arasında anlamlı fark bulunmamasıyla (p=0,386) benzerdir (155).

Çalışmamızda dikkat çekici bir bulgu, hızlı sinterleme protokolünün yüzey işlemlerinin pürüzlendirme etkinliğini arttırmasıdır. Hızlı sinterleme grubunda tribokimyasal silika (1,230 μm) ve kumlama (1,181 μm) uygulamalarında orta hızlı sinterlemeye (0,893 μm ve 0,971 μm) kıyasla anlamlı şekilde daha yüksek Ra değerleri elde edilmiştir. Hızlı sinterleme protokolünün mikroyapısal etkileri bu sonucu açıklamaktadır. Yüksek sinterleme sıcaklığı ve hızlı soğutma, zirkonya kristal yapısında internal stres alanları oluşturarak yüzey enerjisinde artış sağlamaktadır. Bu mikroyapısal değişiklikler, Al_2O_3 partikülleri ve tribokimyasal silika partiküllerinin yüzeydeki etkinliğini artırarak daha derinlemesine yüzey penetrasyonu ve mekanik kilitlenme oluşumuna imkan tanımaktadır. Literatürde hızlı sinterleme , protokollerinin klasik sinterlemeye göre farklı yüzey karakteristiği oluşturduğu vurgulamış ve bu farkın yüzey işlemlerinin etkinliğini arttırdığı belirtilmiştir (156). Çalışmamızda sinterleme hızına bağlı olarak özellikle tribokimyasal silika grubunda (orta hızlı: 0,893 μm → hızlı: 1,230 μm, %37,7 artış), ve kumlama grubunda (orta hızlı: 0,971 μm → hızlı: 1,181 μm, %21,6 artış), pürüzlülükte artış gözlenmiştir. Hızlı soğutmanın (-25°C/dk) faz dönüşümü üzerindeki etkisi yüzeyde kararsız tabaka oluşturarak pürüzlendirme etkinliğini artırmış olabilir. Bu bulgu klinik açıdan son derece önemlidir çünkü hızlı sinterleme protokollerinin sadece zaman tasarrufu sağlamakla kalmayıp aynı zamanda bağlanma prosedürü için daha aktif yüzey oluşturduğunu göstermektedir. Bir başka deyişle hızlı sinterlemenin hem zaman tasarrufu hem de bağlanma için uygun yüzey oluşturma açısından avantaj sağladığı söylenebilir.

Monolitik zirkonya restorasyonların bağlantı dayanımını optimize etmek için ideal yüzey pürüzlülük değeri konusu literatürde tartışmalı bir alandır. Strickstrock ve ark. yaptıkları çalışmada, geleneksel yüzey işlemleri ile sinterlenen Y-TZP yüzeylerinde tipik olarak Ra < 0,6 μm gibi nispeten düz yüzeyler elde edildiğini bildirmişlerdir (157). Bu sınırlama, zirkonyanın kimyasal olarak inert yapısı ve geleneksel asit aşındırma tekniklerine direnci ile ilişkilendirilmektedir. Öte yandan, optimal Ra değeri konusunda literatürde net bir uzlaşı bulunmamaktadır. Bazı çalışmalar yüzey pürüzlülüğü ile bağlantı dayanımı değerleri arasında anlamlı bir doğrusal ilişki olmadığını bildirmektedir (158). Bu durum, bağlantı dayanımının sadece pürüzlülük değerine değil, aynı zamanda kimyasal bağlanma mekanizmalarına da bağlı olduğunu göstermektedir. Güncel literatür, optimal bağlantı dayanımı için belirli bir Ra değeri önerisi yerine, 50 μm Al_2O_3 partikül aşındırma ve 10-MDP içeren primer kombinasyonunu standart yaklaşım olarak önermektedir (143). Optimal Ra değeri konusunda daha fazla araştırma gerekse de, mevcut bulgular herhangi bir pürüzlendirme işleminin uygulanmamasının klinik başarısızlıkla sonuçlanacağını ortaya koymaktadır. Bu yaklaşım, yüzey pürüzlülüğünün tek başına yeterli olmadığını ve kimyasal bağlanma ajanlarının kritik önemini vurgulamaktadır. Mevcut bulgular, Ra değerinden ziyade mekanik ve kimyasal yüzey işlemlerinin koordineli uygulanmasının bağlantı dayanımını optimize etmede daha etkili olduğunu göstermektedir.

Çalışmamızda, ER:YAG lazer grubunun kontrol grubundan anlamlı şekilde farklılaştığı göze çarpmaktadır. Orta hızlı sinterleme sonrası gözlenen, lazer ile pürüzlendirme ile elde edilmiş en düşük ortalama Ra değeri (0,756) ; lazer teknolojisinin zirkonyada etkili yüzey pürüzlendirmesi sağlayabileceğini ve simantasyon için yeterli yüzey hazırlığı yapabileceğini göstermektedir. Kunt ve ark. bu konuda, ER:YAG lazer için kritik parametrik eşikler belirlemişlerdir. 150 mJ ve 300 mJ enerji seviyelerinde farklı pulse süreleri (100, 300 μs) test edilmiş ve 300 mJ seviyesinde tüm pulse sürelerinin kumlama ile benzer Ra değerleri gösterdiği ($p>0,05$) bulunmuştur. Özellikle 100 ve 200 mJ enerji seviyelerinde 50-100 μs pulse sürelerinin kumlamadan anlamlı şekilde yüksek Ra değerleri ürettiği ($p<0,05$) ancak 300 ve 600 μs sürelerinde benzer değerler elde edildiği rapor edilmiştir (159). Çalışmamızda lazer uygulaması 210 mJ enerji düzeyinde yapılmıştır. Uygulama sonucunda elde edilen ortalama Ra değerleri (0,756-1,012 μm) literatür ile uyumlu

bulunmuştur. Bir başka çalışmada belirtildiği gibi, Er:YAG lazer etkili yüzey pürüzlendirme sağlamakla birlikte, kumlama ve tribokimyasal silika kaplama yöntemlerine kıyasla daha kontrollü bir pürüzlendirme gerçekleştirmiştir (160). Bu durum, Er:YAG lazer'in zirkonya yüzeyinde agresif olmayan, güvenli bir pürüzlendirme sağladığını göstermektedir. Cavalcanti ve ark. çalışmalarında, farklı güç seviyelerinde (1,5W, 2W, 2,5W) ER:YAG lazer uygulaması yapılmış ve kumlama ile benzer yüzey pürüzlülüğü değerleri elde edildiği bildirilmiştir (161). Bu bulgu, mevcut çalışmamızda 2,1W parametresinin optimal aralık içinde yer aldığını ve kumlama ile karşılaştırılabilir etkinlik gösterdiğini doğrulamaktadır. Lazer ile pürüzlendirme sonrası bağlantı dayanımının değerlendirildiği çalışmalar da yapılmıştır. Örnek bir çalışmada, Bitencourt ve ark., ER:YAG lazer uygulamasının bağlantı dayanımı açısından kontrol gruplarından anlamlı fark göstermediği bildirmiştir (162). Ancak yüzey pürüzlülüğü açısından lazer ve kontrol grupları arasında, çalışmamızdaki verilere benzer olarak anlamlı fark bulunmuştur. Bu bulgular, ER:YAG lazerin yüzey pürüzlendirme kapasitesini doğrularken, bağlantı dayanımındaki sonuçların adeziv sistemlerle optimizasyon gerektirdiğini vurgulamaktadır. Bu alanda yapılan bir başka çalışmada da; ER:YAG lazer uygulamasının monolitik zirkonya tiplerinde kontrol grubu ve kumlama ile karşılaştırıldığında anlamlı yüzey pürüzlülüğü değişimi sağladığı bildirilmiştir. Mevcut çalışmamızda ER:YAG lazer grubunun kumlama grubundan anlamlı farklılaşması bu bulguyu desteklemektedir. Bu bulgu, 2,1W parametresiyle elde edilen yüzey pürüzlendirmesinin materyalin mekanik özelliklerini bozmadan etkili simantasyon yüzeyi oluşturduğunu göstermektedir (150).

Biaksiyal bükülme dayanımı testinde, disk şeklinde hazırlanan test örneklerine, genellikle merkezi bir noktadan kuvvet uygulanır. Aynı zamanda, kuvvet uygulanmayan diğer yüzeyin kenarlarından simetrik olarak karşı kuvvetler oluşturulur. Bu yükleme mekanizması, maksimum stresin merkezi yükleme alanında meydana gelmesini sağlar. Bu şekilde, kenar deformasyonlarının sebep olduğu başarısızlıklar minimalize edilir. Biaksiyal testlerde uygulanan bu yöntem, materyalin daha homojen bir şekilde yüklenmesini sağlayarak, daha doğru ve güvenilir sonuçlar elde edilmesini sağlar. Kenar deformasyonlarının etkisinin azaltılması, test sonuçlarının doğruluğunu artırarak gerçek performansını daha iyi yansıtır (30). Bu nedenle çalışmamızda bükülme dayanımı testi olarak

biaksiyal bükülme dayanımı testi olan üç top üzeri piston testi tercih edilmiştir. Bu test yöntemi, üç nokta bükülme testine kıyasla yüzey pürüzlülüğü, mikro çatlaklar ve sinterleme kaynaklı mikroyapısal farklılıkların dayanım üzerindeki etkilerini daha hassas biçimde ortaya koymaktadır.

Çalışmamızda elde edilen bulgular, farklı sinterleme protokollerinin monolitik zirkonyanın biaksiyal bükülme dayanımı üzerinde anlamlı etkiler oluşturduğunu göstermektedir ($F(2,108)=3,833$, $p=0,025$). Hızlı sinterleme, tüm alt gruplar içerisinde her zaman en düşük bükülme dayanımı bulgularını vermiştir. Ancak gruplar arasında her zaman anlamlı fark bulunamamıştır. Kontrol ve kumlama gruplarında en yüksek bükülme dayanımı değerlerinin klasik sinterleme protokolünde, en düşük değerlerin ise hızlı sinterleme protokolünde gözlenmiş olması, klasik protokolün daha uzun süreli ısıtma ve yavaş soğuma süreci ile kristal yapının daha dengeli oluşmasını sağladığını düşündürmektedir. Tribokimyasal silika ve lazer gruplarında ise en yüksek değerlerin orta hızlı sinterleme ile elde edilmesi dikkat çekicidir. Bu durum, klasik protokolün olası aşırı tane büyümesine neden olup lazer ve silika işlemlerinin oluşturduğu yüzey değişimlerini olumsuz etkileyeceği şeklinde açıklanabilir. Orta hızlı sinterleme, tane büyümesini kontrol altında tutarak hem yeterli yoğunluk hem de yüzey bütünlüğünü koruyor olabilir. Lazerle pürüzlendirme ve tribokimyasal silika kaplama gibi işlemlerde yüzeyde oluşan mikro çatlakların ve yapısal değişimlerin sinterleme sonrası yapıyla etkileşimi bu sonucu açıklayabilir. Literatürde, yüksek sinterleme sıcaklığı ve kısa sinterleme süresi kombinasyonunun zirkonyanın bükülme dayanımını artırdığı, ancak tane boyutunun da arttığı rapor edilmiştir (163). Ayrıca, 1600°C'nin üzerindeki sinterleme sıcaklıklarının aşırı tane büyümesine ve gözeneklilik artışına neden olduğu bildirilmiştir (164,165). Elde edilen veriler, en yüksek ortalama bükülme dayanımı değerlerinin Klasik sinterleme protokolü ile kumlama işlemi uygulanmış grupta ortaya çıktığını göstermiştir. Bu bulgu, kumlama işleminin yüzeydeki mekanik tutunmayı artıran mikro düzensizlikler oluşturması ve klasik sinterleme ile elde edilen yüksek kristalinite ve yoğunluğun birlikte etkili olabileceğini düşündürmektedir Lazerle pürüzlendirme uygulanan gruplarda, Orta hızlı sinterleme protokolü hem en yüksek ortalama bükülme dayanımı (732,35 MPa) hem de en düşük standart sapma değeri ile dikkat çekmiştir. Bu durum, lazer uygulamasının oluşturduğu yüzey modifikasyonunun orta hızlı sinterleme

sonrası yapısal olarak daha homojen bir şekilde stabil kalabildiğini ve termal çatlak riskinin azaldığını göstermektedir. Düşük standart sapma doğrultusunda, lazer uygulamasının bu sinterleme protokolü ile birlikte daha tutarlı mekanik özellikler sunduğu sonucuna varılmıştır. Literatürde de çalışmamıza benzer şekilde, kontrollü lazer uygulamalarının sinterleme ile etkileşiminin dayanıklılığı optimize ettiği bildirilmiştir (166).

Buna karşılık, pürüzlendirme işlemlerine bakılmaksızın, orta hızlı sinterleme protokolü ile hızlı sinterleme ($p=0,097$) ve klasik sinterleme ($p=0,855$) protokolleri arasında bükülme dayanımı açısından istatistiksel olarak anlamlı fark bulunmamıştır. Ayrıca, orta hızlı protokol, diğer iki protokole göre ortalama bir performans sergilemiştir ancak varyansın yüksekliği nedeniyle istatistiksel olarak anlamlılık düzeyine ulaşmamıştır. Orta hızlı sinterlemenin, klasik protokole kıyasla zaman avantajı sunarken dayanıklılığını koruması bu yöntemi hem laboratuvar hem de klinik uygulamalarda tercih edilebilir bir seçenek haline getirebilir. Hızlı sinterleme protokolünün tüm gruplarda en düşük bükülme dayanımı değerlerini üretmesi, kısaltılmış ısıl işlem süresinin yeterli densifikasyonu engellemesiyle ilişkilendirilebilir. Nakamura ark. da orta düzey sinterleme parametrelerinin, hem zaman hem de dayanıklılık açısından dengeli sonuçlar üretebildiği bulgusunu desteklemektedir (167). Bir başka çalışmada, Inokoshi ve ark. hızlı sinterleme süreçlerinde yeterli tane sınırı oluşumunun gerçekleşmediğini ve bunun sonucunda mikroçatlaklar ile gözeneklilik artışının meydana geldiğini belirtmişlerdir (125,138). Bu yapısal kusurlar, kırılma başlangıç noktaları oluşturarak genel dayanımı olumsuz yönde etkiler. Özellikle posterior bölgelerde yüksek okluzal yük varlığında, hızlı sinterleme yöntemiyle üretilen zirkonya restorasyonlarda oluşabilecek riskler göz önünde bulundurulmalıdır.

Klasik sinterleme protokolü ile elde edilen yüksek dayanım değerleri, uzun süreli ve kontrollü ısıtma soğutma döngülerinin mikroyapısal düzen üzerindeki olumlu etkisiyle açıklanabilir. Denry ve Kelly, yavaş ısıl işlemler zirkonyanın tetragonal fazının stabilizasyonunu artırarak, daha yoğun ve homojen kristal yapılar oluşmasını sağladığını belirtmişlerdir (91). Bu durum, materyalin mekanik dayanımını doğrudan arttırıcı bir etki yapar.

Pürüzlendirme işlemleri açısından bükülme dayanımı verileri değerlendirildiğinde; kumlama grubunda farklı sinterleme protokolleri arasında anlamlı farklılıklar gözlenmiştir ($p<0,05$). Özellikle hızlı sinterleme ile kombine edilen kumlama işlemi, en düşük bükülme dayanımı değerlerini üretmiştir. Bunun nedeni, hızlı sinterleme sürecinin kristal büyümesi ve gözeneklilik üzerinde olumsuz etkiler yaratması olabilir. Kumlama gibi aşındırıcı işlemler ise, bu yapısal zayıflıkları artırarak bükülme dayanımını düşürebilir. Buna karşın klasik sinterleme protokolü ile kumlanan örnekler en yüksek dayanım değerlerine ulaşmıştır ve bu da uzun süreli sinterleme süreçlerinin mekanik stabiliteyi artırabileceğini desteklemektedir.

Yüzey pürüzlendirme işleminin bükülme dayanımı açısından daha yüksek etki büyüklüğüne ($\eta^2=0,104$) sahip olması, yüzey modifikasyonlarının bükülme dayanımını artırmada sinterleme parametrelerine kıyasla daha belirgin rol oynadığını düşündürmektedir. Bu bulgu, literatürde de desteklenmektedir; Guazzato ve ark., cam-infiltre alumina takviyeli seramikte farklı yüzey pürüzlendirme işlemlerinin bükülme dayanımını önemli ölçüde etkilediğini ve bu işlemlerin dayanım kaybına neden olduğunu gözlemlemişlerdir (168). Zhang ve ark. ise zirkonya seramiklerde yüzey mikroyapısının ve tane boyutunun mekanik özellikleri doğrudan etkilediğini, yüzey modifikasyonlarının materyalin dayanım karakteristiklerini değiştirmede kritik rol oynadığını rapor etmiştir (125).

Lazer ile pürüzlendirme uygulanan örneklerde, hem orta hızlı hem de hızlı sinterleme protokolleri altında daha yüksek bükülme dayanımı değerleri elde edilmiştir. Bunun sonucunda, lazer işleminin yüzeyde kontrollü mikro yapısal değişiklikler oluşturarak dayanımı artırabileceği ve bu etkinin yüksek ısıl işlem süresi gerektirmeksizin, orta düzey sinterleme koşullarında da elde edilebileceği sonucuna varılabilir. Önceki çalışmalar da lazer uygulamalarının, mikroçatlak oluşumunu minimalize ederek veya yüzey sertliğini artırarak mekanik performansı olumlu yönde etkileyebileceğini göstermektedir (169). Ferreira da Silva ve ark., sinterleme sonrası uygulanan yüzey işlemlerinin zirkonya seramiklerin bükülme dayanımı üzerindeki etkileri incelenmiştir (170). Bu çalışmada, özellikle tribokimyasal silika kaplama ve Er:YAG lazer uygulaması karşılaştırılmış ve bükülme dayanımı açısından anlamlı farklılıklar saptanmıştır. Bulgulara göre, sinterleme sonrası uygulanan tribokimyasal silika kaplama, kontrol grubuna kıyasla bükülme

dayanımını en fazla artıran yüzey işlemi olmuştur.Buna karşılık, yüksek enerjili lazer uygulamaları, zirkonya yüzeyinde mikro çatlaklara neden olarak dayanımı anlamlı düzeyde azaltmıştır**.** Ancak, bizim çalışmamızda gözlenen düşük bükülme dayanımı değerleri, yukarıda bahsedilen çalışmaya kıyasla daha sınırlı düzeydedir. Bu farkın, çalışmamızda kullanılan lazer sisteminin frekans, güç ve uygulama süresi parametrelerindeki farklılıktan kaynaklandığı söylenebilir.

Liu ve ark., hızlı ve klasik sinterleme arasında bükülme dayanımında anlamlı fark olmadığını vurgulamışlardır (171). Kaizer ve ark. ise sinterleme protokollerindeki farklılığın yitria ile stabilize zirkonyanın translusentlik özelliklerini etkilediği ancak dayanıklılığını etkilemediği rapor etmişlerdir. Özellikle 3Y-TZP materyallerde hızlı sinterleme yöntemleri kullanıldığında translusensi genellikle azalmaktadır (135). Monolitik zirkonyanın biaksiyal bükülme dayanımı ve faz dönüşümü üzerindeki etkisini incelendiği bir başka çalışmada, 1500°C sabit sıcaklıkta uzun sinterleme sürelerinin daha yüksek bükülme dayanımı sağlaması, bizim çalışmamızdaki bulgularla uyumludur. Her iki çalışmada da hızlı/kısa süreli sinterleme proseslerinin yetersiz densifikasyon nedeniyle düşük mekanik özelliklerle sonuçlanması, sinterleme süresinin optimizasyonunun önemini göstermektedir (172). Dokuzlu ve Subaşı, üç farklı sinterleme programı (klasik, hızlı ve süper hızlı) ile beş farklı yüzey işleminin etkisini değerlendirkleri çalışmalarında; sinterleme programının ve yüzey işleminin bükülme dayanımı üzerinde anlamlı bir etkisinin olmadığını rapor etmişlerdir. Bizim çalışmamızda ise, bu bulguun aksine, sinterleme protokolü türünün bükülme dayanımı üzerindeki etkisi anlamlıdır ($p=0,025$). Bunun nednei olarak, çalışmalarda kullanılan monolitik zirkonya materyalinin farklı olması, örneklerin boyutlarının değişikliği ve test metodolojilerindeki varyasyonlar gösterilebilir. Çalışmamızda hızlı sinterleme protokolünün tüm gruplarda düşük performans göstermesi, sinterleme süresinin kritik önemini vurgulamaktadır (173). Buna karşılık çalışma bulgularımız, Sawangsri ve ark., çok katmanlı monolitik zirkonyalar üzerinde yaptığı çalışmayla benzerlikler göstermektedir (174). Her iki çalışmada da yüksek sıcaklıkta hızlı sinterleme protokolleri, bükülme dayanımında azalmaya neden olmuştur. Mohamed ve ark. benzer bir çalışmada çok katmanlı zirkonyalar üzerinde yapılan hızlı sinterlemenin tüm katmanlarda biaksiyal bükülme dayanımını azalttığı belirtmişlerdir ($p<0,05$) (175).

Literatürde sinterleme protokolünün bükülme dayanımına etkisine ilişkin farklı çalışmalar mevcuttur. Mayinger ve ark., tarafındna yapılan önceki bir çalışma, çalışmamızdaki hızlı sinterleme protokolünün klasik sinterleme protokolünden anlamlı şekilde düşük bükülme dayanımı gösterdiği bulgusunu desteklemektedir (p=0,025). Ancak aynı çalışma, sinterleme sıcaklığının artmasıyla tetragonal fazda azalma ve kübik fazda artış gözlemlediklerini bildirmiştir. Her iki çalışmada da kübik/tetragonal faz oranı ile bükülme dayanımı arasında negatif korelasyon bulunması, faz kompozisyonunun mekanik özellikler üzerindeki belirleyici rolünü desteklemektedir (176). Benzer şekilde, Stawarczyk ve ark.,nın monolitik zirkonya üzerinde yaptığı kapsamlı çalışma, 1300°C ile 1700°C arasında dokuz farklı sinterleme sıcaklığının etkisini değerlendirmektedir. Bu çalışmada 1400°C ile 1550°C arasında en yüksek bükülme dayanımı değerlerinin elde edilmesi, bizim çalışmamızda klasik ve orta hızlı sinterleme protokollerinin başarılı performansıyla paralellik göstermektedir. Aynı çalışmada sinterleme sıcaklığı ile bükülme dayanımı arasında negatif korelasyon bulunması ve 1650°C üzeri sıcaklıklarda mikroyapısal kusurların gözlenmesi, bizim çalışmamızda hızlı sinterleme protokolünde elde ettiğimiz düşük değerlerle uyumludur (12). Çalışamızla benzer bir başka çalışmada, Juntavee ve ark., 3, 4 ve 5 mol% yttriya içeren monolitik zirkonya materyallerde farklı sinterleme hızlarının bükülme dayanımı üzerindeki etkisini araştırmıştır. Her iki çalışmada da hızlı sinterleme protokollerinin materyal özelliklerine etkisinin materyal kompozisyonuna bağlı olarak değişebileceği sonucuna varılması, optimal sinterleme protokolünün her materyal için ayrı ayrı belirlenmesi gerektiğini göstermektedir (177).

Çalışmamızın sinterleme protokolü verileri önceki bazı çalışmalarla farklıklar gösterebilmektedir. Shahbazi ve ark., monolitik zirkonya bloklarda sinterleme sıcaklığının etkisini araştırmışlar, bizim çalışmamızın aksine, 1440°C ile 1530°C arasında sinterleme sıcaklığı artışının bükülme dayanımına anlamlı bir etki sağlamadığını bulmuşlardır (178). Sinterleme hızının bükülme dayanımına etkisi konusunda bizim çalışmamızla farklılık gösteren çalışmada ise, hızlı sinterlemenin hidrotermik ve termomekanik yaşlandırılmış zirkonya materyallerin bükülme dayanımı üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Bu çalışmada farklı monolitik zirkonyalarda (3Y-TZP, 4Y-TZP, 5Y-TZP) hızlı sinterlemenin klasik sinterlemeye kıyasla benzer veya bazen daha iyi sonuçlar verdiği bildirilmiştir (179). Benzer şekilde yapılan bir başka çalışmada da monolitik zirkonya örneklerde farklı sinterleme

sıcaklık-süre kombinasyonları değerlendirilmiş, yüksek sıcaklık ve kısa süre kombinasyonunun en yüksek bükülme dayanımı değerlerini verdiği vurgulanmıştır (162). Bu farklılığın nedenleri arasında materyal kompozisyonundaki değişiklikler, sinterleme parametrelerindeki varyasyonlar ve yaşlandırma işlemlerinin etkisi sayılabilir. Her iki çalışmada da faz dönüşümünün bükülme dayanımı üzerindeki kritik etkisi vurgulanarak, optimal sinterleme protokolünün sadece başlangıç özellikleri değil aynı zamanda uzun dönem stabilite açısından da değerlendirilmesi gerektiği sonucuna varılmıştır

Zirkonya seramiklerin üstün mekanik özelliklerinin temelinde yatan faz dönüşümü mekanizması, materyalin klinik performansı açısından kritik öneme sahiptir. Zirkonyaların polimorfik yapısı gereği, sıcaklığa bağlı olarak monoklinik (oda sıcaklığı-1170°C), tetragonal (1170-2370°C) ve kübik (2370°C-erime noktası) fazlarında bulunabilmektedir (7,90). Bu fazlar arasında tetragonal faz en yüksek mekanik özellikleri sergilerken, kübik faz orta düzeyde, monoklinik faz ise en düşük dayanım ve azalmış parçacık kohezyon özelliği göstermektedir. Tetragonal fazın stres kaynaklı dönüşüm sertleştirme mekanizması sayesinde çatlak ucunda oluşan gerilmelere karşı direnç göstermesi, zirkonyaların yüksek kırılma tokluğu kazanmasını sağlamaktadır. Tane sınırlarında ışık saçılımının azalması translusensi özelliklerini önemli ölçüde iyileştirmektedir (101). Zhang ve ark., yüksek translusent parsiyel stabilize zirkonyalarda tetragonal fazın önemini vurgulamışlar ve kübik faz oranının artmasının mekanik özellikler üzerinde olumsuz etki yarattığını rapor etmişlerdir (180). Çalışmamızda da benzer şekilde, agresif yüzey pürüzlendirme işlemlerinin (kumlama ve tribokimyasal silika kaplama) kübik fazda azalmaya, tetragonal fazda artışa neden olduğu gözlenmiştir. Kim ve ark., farklı Al_2O_3 partikül boyutları ile kumlama işleminin zirkonya yüzeyinde oluşturduğu kompresif stres nedeniyle tetragonal fazın stabilize olduğu ve bu durumun materyal dayanımını olumlu etkilediğini rapor etmişlerdir (181). Tetragonal/kübik faz oranındaki bu değişim, materyalin dönüşüm sertleştirme kapasitesini artırarak mekanik dayanımında iyileşme potansiyeli sunmaktadır; ancak tetragonal fazın metastabil yapısı nedeniyle uzun dönemde düşük sıcaklık degradasyonu (LTD) ve yaşlanma duyarlılığında artış riski de bulunmaktadır (133). Bu durum, agresif yüzey işlemlerinin mekanik özellikleri optimize ederken, hem kübik faz kaybına bağlı olarak translusensi özelliklerinde hem de tetragonal faz artışına bağlı olarak yaşlanma direncinde bir miktar azalmaya neden

olabileceğini göstermektedir. Bu bulgu, yüzey pürüzlendirme işlemlerinin sadece mikro-mekanik tutuculuk sağlamakla kalmayıp, aynı zamanda materyalin kristal yapısını da optimize ederek çift yönlü fayda sağladığını ortaya koymaktadır. X ışını kırınımı (XRD), zirkonyum seramiğinin faz dönüşümünü tahribatsız ve kantitatif bir şekilde değerlendirmek için yaygın olarak kullanılan bir analiz yöntemidir. Bu analiz, yüzey faz dönüşümünü incelemek için geleneksel olarak faz fraksiyon değişimini ölçer. XRD'nin önemli bir avantajı, numunenin tahribatsız bir şekilde incelenmesi ve hızlı, kolay bir şekilde hazırlık yapılabilmesidir. Bu çalışmada, farklı sinterleme protokolleri ve yüzey pürüzlendirme işlemlerinin 5Y-TZP zirkonya örneklerindeki faz dönüşümü üzerindeki etkilerini değerlendirmek amacıyla XRD analizi gerçekleştirilmiştir.

XRD analizi sonuçlarımız, yüzey pürüzlendirme tekniklerinin faz içeriğini etkilediğini ve Er:YAG lazer uygulamasının en yüksek kübik faz oranını (%75,1±1,2) sağladığını göstermiştir. Bu bulgular, Tian ve ark., üç farklı zirkonya materyalinde yaptıkları düşük sıcaklıkta (uzun süre) yapılan sinterlemeyi inceledikleri çalışmalarıyla önemli paralellikler göstermektedir (182). Her iki çalışmada da kumlama işleminin faz stabilitesini olumsuz etkilediği tespit edilmiştir. Bu çalışmada, kumlama sonrası farklı materyallerde farklı oranlarda monoklinik faz oluşumu bildirilmiştir. Bizim çalışmamızda monoklinik faza rastlanmasa da kumlama grubu en düşük kübik faz oranlarını (%69,9±4,0) göstermiştir. Bu tutarlılık, kumlama işleminin yüzeyde oluşturduğu rezidüel streslerin zirkonya kristal yapısında faz dönüşümünü tetiklediği teorisini desteklemektedir. XRD metodolojisi açısından her iki çalışma da Garvie-Nicholson formülünü kullanarak faz analizini yapmış ve benzer açı aralıklarında (25-37° vs 10-80°) tarama gerçekleştirmiştir. Bu çalışmada kontrol grubunda minimal faz dönüşümü gözlemlenirken bizim çalışmamızda kontrol grubu %74,8±1,4 kübik faz oranı ile stabil yapı sergilemiştir.

Çalışmamızda tüm sinterleme protokolleri ve yüzey pürüzlendirme işlemleri sonrasında XRD analizi uygulanan örneklerde monoklinik faz tespit edilmemesi, kullanılan zirkonya materyalindeki Y_2O_3 stabilizasyonunun etkinliği ile açıklanabilir. Y_2O_3 varlığı, kristal yapıda oksijen boşlukları oluşturarak tetragonal ve kübik fazları termodinamik olarak stabilize eder ve monoklinik faza dönüşümü önler. Ayrıca, yüksek sıcaklık sinterleme işlemi

(1450-1550°C) sırasında kristal yapı tamamen yeniden düzenlenir ve kontrollü soğutma koşulları, yüksek sıcaklıkta stabilize olan fazların oda sıcaklığında korunmasını sağlar. Bu durum, dental restorasyon materyallerinde aranılan bir özelliktir çünkü monoklinik faz, materyalin uzun dönem performansını olumsuz etkilemektedir. Uygulanan yüzey işlemlerinin kritik dönüşüm eşiğini aşmaması da monoklinik faz yokluğunun bir diğer nedenidir. Kritik dönüşüm eşiği, tetragonal fazın monoklinik faza dönüşmesi için gerekli minimum stres seviyesidir. Gonçalves ve ark., çalışmalarında kumlama işleminin tetragonalden monoklinik moleküler yapıya faz dönüşümüne neden olduğunu göstermişlerdir (183). Bizim çalışmamızda kullanılan işlem parametrelerinin ise bu eşiği aşmadığı, bu sebeple monoklinik faza rastlanmadığı düşünülmektedir. Bu bulgu klinik açıdan son derece pozitiftir çünkü monoklinik faz, malzemenin hidrotermik yaşlanmaya karşı hassasiyetini artırır, mekanik dayanımda progresif azalmaya neden olur ve restorasyonların uzun dönem başarısızlık riskini yükseltir. Çalışmamızda Er:YAG lazer grubunda en yüksek kübik faz oranı (%75,1±1,2) gözlenirken, bunu kontrol grubu (%74,8±1,4) takip etmiştir. En düşük kübik faz oranları ise kumlama (%69,9±4,0) ve tribokimyasal silika kaplama (%70,7±2,4) gruplarında tespit edilmiştir. Bu bulgular literatürdeki son dönem çalışmalarla kısmen uyumlu olmakla birlikte bazı farklılıklar göstermektedir.

Literatürde, yüksek yitria içerikli sistemlerin yüzey işlemlerine karşı farklı hassasiyet gösterdiği vurgulanmıştır (135). Bu çalışmada farklı yüzey pürüzlendirme tekniklerinin monolitik zirkonya örneklerin faz dönüşümü üzerindeki etkilerine ilişkin bulgularımız, Smielak ve Klimek'in çeşitli yüzey pürüzlendirme işlemlerinin tetragonal-monoklinik faz dönüşümü üzerindeki benzer çalışmasıyla farklı faz dönüşüm mekanizmaları göstermektedir (184). Her iki çalışmada da XRD analizi ile faz kompozisyonları değerlendirilmiş ancak gözlenen faz dönüşümleri farklı karakterde bulunmuştur. Smielak ve Klimek ise mekanik pürüzlendirme işlemlerinin tetragonal fazdan monoklinik faza önemli dönüşümlere (%16,8-20,8) neden olduğunu bildirmiştir Bizim çalışmamızda, yüzey pürüzlendirme tekniklerinin kübik ve tetragonal faz oranlarını etkilediği görülmüştür.. Bu farklılık, kullanılan zirkonya materyalinin ytria oranı ve kompozisyonu ile ilgili olabilir. Bizim çalışmamızda ytria stabilize zirkonya sisteminde faz dönüşümü tetragonal-kübik arasında gerçekleşirken, bahsedilen çalışmada tetragonal-monoklinik dönüşümü gözlenmiştir.

Koizumi ve ark., yaptığı çalışmada, kumlama işleminin 3Y-TZP zirkonyada önemli faz dönüşümüne yol açtığı rapor edilmiştir (185). Bizim çalışmamızda monoklinik faz tespit edilmemiş olmasına rağmen, kumlama grubundaki kübik faz azalması benzer göstergedir. Bu farklılığın nedeni, kullandığımız materyalin 5Y-TZP kompozisyonunda olması ve yüksek yittria içeriğinin faz stabilitesini artırması olabilir. Benzer bir çalışmada, yüzey işlemi şiddeti ile faz dönüşümü arasında güçlü korelasyon bulunduğu belirtilmiştir (186). Bizim bulgularımız da bu ilişkiyi desteklemekte, kumlama ve tribokimyasal işlemlerin kübik faz oranını azalttığını göstermektedir.

Çalışmamızda Er:YAG lazer grubunun en yüksek kübik faz oranına sahip olması önemli bir bulgudur. Abdullah ve ark., Er:YAG lazer uygulamasının kontrollü tetragonal-monoklinik dönüşüme yol açtığını, ancak bu dönüşümün faz stabilitesini olumsuz etkilemediğini rapor etmişlerdir (149). Buna ilave olarak, bir diğer çalışma, lazer işleminin mekanik yüzey işlemlerine kıyasla daha az agresif olduğu ve faz stabilitesini daha iyi koruduğunu vurgulamıştır (151). Çalışmamızda Er:YAG lazer grubunun düşük standart sapma değeri (±0,4) ile homojen sonuçlar vermesi de bu bulguyu desteklemektedir.

Rigos ve ark., tribokimyasal silika kaplama işleminin tespit edilebilir monoklinik faz oluşumuna yol açmadığı belirtmişlerdir (140). Bizim çalışmamızda da monoklinik faza rastlanmamış ve tribokimyasal grubun kübik faz oranı kumlama grubuna benzer bulunmuştur.

Liu ve arkadaşları, hızlı sinterlemenin faz kompozisyonunda istatistiksel olarak anlamlı olmayan değişikliklere yol açtığını belirtmiştir (138). Bulgularımız, yüzey işlemi seçiminin faz stabilitesi açısından kritik önem taşıdığını göstermektedir. Er:YAG lazer uygulaması, faz kompozisyonunu en iyi koruyan yöntem olarak öne çıkmaktadır. Bu bulgu, güncel literatürdeki Er:YAG lazerin minimal invaziv özelliği ve faz stabilitesini koruyucu etkisi ile bulgularla desteklenmektedir.

Daha kapsamlı bir analiz için SEM teknolojisi kullanılarak yapılan niteliksel analiz ile nicel analizler desteklenmesi gerektiği önerilmektedir (187). Taramalı elektron mikroskobu, özellikle yüzeydeki çizik ve düzensizliklerin detaylı incelenmesine imkân

tanıyan nitel bir yöntemdir (188). Çalışmamızda materyalin yüzey pürüzlülüğünün matematiksel ölçümüne ek olarak yüzey morfolojisini 2 boyutlu, detaylı değerlendirmek için SEM analizi de yapılmıştır. Benzer çalışmalar referans alınarak x500 ve x30000 ve x50000 büyütmelerde SEM görüntüleri elde edilmiştir. SEM görüntülerine göre, klasik sinterleme grubunda gözlenen homojen tane dağılımı ve net tane sınırları, yeterli yoğunlaşma süresi ve kontrollü ısıl işlemin mikroyapısal gelişimi iyileştirmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Hızlı sinterleme protokolünde tespit edilen mikroyapısal heterojenlik ve tanecikler arası boşluk artışı ise, yetersiz sinterleme süresi nedeniyle difüzyon sürecinin tamamlanamaması ve rezidüel porozitenin kalıcı hale gelmesiyle açıklanabilir. Yüzey pürüzlendirme işlemlerinin etkinliği, alttaki mikroyapısal kalitenin doğrudan fonksiyonu olarak kendini göstermiştir. Kumlama işleminde klasik sinterleme grubunun kontrollü pürüzlendirme sergilemesi homojen mikroyapının mekanik abrazyona direnç göstermesinden kaynaklanırken, hızlı sinterleme grubundaki kontrolsüz hasarlanmanın zayıf tane sınırlarının mekanik strese karşı yetersiz kalmasıyla ilişkili olduğunu düşündürtmektedir. Lazer ile pürüzlendirme işlemi, tüm sinterleme gruplarında alttaki tane yapısının bütünlüğünü koruyarak kontrollü yüzey modifikasyonu gerçekleştirmiş, bu durum lazer ablasyonunun termal etkisinin yüzeyle sınırlı kalması ve homojen mikro yapının korunmasını sağladığını göstermektedir. Kırmalı ve ark. tarafından gerçekleştirilen monolitik zirkonya çalışması, kumlama işleminin mikroyapısal etkilerini değerlendirmesi açısından bizim bulgularımızla karşılaştırılabilir niteliktedir (166). Araştırmacılar, 110 μm alumina partikülleri ile kumlama işleminin zirkonyanın mikroyapısal, optik ve mekanik özelliklerine etkisini SEM analizi ile incelemişlerdir. Bizim çalışmamızda da kumlama işleminin tüm sinterleme gruplarında tane yapısında belirgin değişikliklere yol açtığını, ancak klasik sinterleme grubunda mikroyapısal bütünlüğün daha iyi korunduğunu gözlemlenmiştir. Bu durum Kırmalı ve ark.'nın kumlama işleminin zirkonya yüzeyinde kontrollü değişiklikler oluşturduğu bulgularıyla uyumludur. Her iki çalışma da kumlama işleminin sinterleme kalitesine bağlı olarak farklı sonuçlar verdiğini ve alttaki mikroyapının yüzey işlemi başarısında kritik rol oynadığını desteklemektedir.

Bu tez çalışmasının limitasyonları;

1. Hazırlanan zirkonya örneklerin hepsi düz yüzey şeklinde ve 1.2 mm kalınlıkta hazırlanmıştır. Ancak ağız içerisindeki restorasyonların tüm yüzeyleri eşit kalınlık göstermeyip, anatomik formlara uygun olarak değişken kalınlıklara sahiptir. Sinterleme protokolleri ve yüzey işlemlerinin farklı kalınlıklardaki etkilerinin tamamen yansıtılabilmesi için çeşitli kalınlıklarda örneklerin değerlendirildiği gelecek çalışmaların yapılması gerekmektedir.

2. Çalışma in vitro koşullarda gerçekleştirilmiş olup, ağız ortamını taklit eden yaşlandırma işlemi uygulanmamıştır. Bu durumun, ağız ortamında restorasyonların maruz kaldığı sıcaklık değişimleri, pH dalgalanmaları, tükürük etkisi ve mekanik yüklenme gibi parametreleri birebir yansıtmada yeterli olmayacağı düşünülmüştür. Uzun dönem klinik performansın değerlendirilebilmesi için in vivo çalışmalara ihtiyaç duyulmaktadır.

3. Çalışmamızda yüzey karakterizasyonu ve mikroyapısal analiz odak noktası olmuş, adeziv siman ile bağlantı dayanımı değerlendirmeleri çalışmanın dışında bırakılmıştır. Ağız içerisinde restorasyonların klinik başarısının adeziv bağlantı kalitesiyle doğrudan ilişkili olması nedeniyle, farklı sinterleme protokolleri ve yüzey işlemlerinin adeziv siman bağlantı dayanımına etkisinin dahil edildiği gelecek çalışmaların yapılmasının değerlendirme çerçevesini genişleteceği düşünülmektedir.

4. Çalışmamızda tek tip monolitik zirkonya materyali değerlendirilmiştir. Sinterleme protokolleri ile yüzey işlemlerinin etkisine odaklanmak amacıyla bu tercih yapılmış olsa da, gelecekte monolitik zirkonya veya farklı seramik materyalleri inceleyen karşılaştırmalı çalışmalar yapılabileceği düşünülmektedir.

6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Yapılan bu in vitro tez çalışmasında, monolitik zirkonyada farklı sinterleme protokolleri ve yüzey pürüzlendirme işlemlerinin yüzey pürüzlülüğü, biaksiyal bükülme dayanımı ve faz dönüşümüne etkisi incelenmiş ve aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır:

1. Klasik sinterleme protokolü (1448 °C, 8 saat) monolitik zirkonyada en yüksek biaksiyal bükülme dayanımı değerlerini verirken, hızlı sinterleme protokolü en düşük değerleri göstermiştir ($p<0,05$). Orta hızlı sinterleme protokolü, klasik sinterleme ile benzer performans sergileyerek zaman avantajı sağlamıştır.

2. Al_2O_3 ile kumlama işlemi monolitik zirkonya yüzeyinde en yüksek yüzey pürüzlülüğü değerlerini üretirken, bunu sırasıyla tribokimyasal silika kaplama, Er:YAG lazer ve kontrol grubu takip etmiştir ($p<0,001$).

3. Er:YAG lazer uygulaması en yüksek biaksiyal bükülme dayanımı değerlerini verirken (732.35 MPa), aynı zamanda faz stabilitesini en iyi koruyan yöntem olarak öne çıkmıştır.

4. En yüksek kübik faz oranı Er:YAG lazer (%75.1±1.2) ve kontrol (%74.8±1.4) gruplarında tespit edilmiştir. Hiçbir örnekte monoklinik faz tespit edilmemesi, kullanılan 5Y-TZP zirkonyanın yüksek faz stabilitesini göstermektedir.

5. Sinterleme protokolü ile yüzey pürüzlendirme işlemleri arasında etkileşim bulunmamış olup, her iki faktörün bağımsız olarak optimize edilebileceğini göstermiştir.

6. Klinik uygulamalarda estetik önem taşıyan, dayanıklılığın ikinci planda kaldığı anterior restorasyonlarda Er:YAG lazer + orta hızlı sinterleme kombinasyonu; güçlü adeziv bağlantı gerektiren durumlarda ise Al_2O_3 ile kumlama + klasik sinterleme kombinasyonu önerilebilir.

KAYNAKLAR

1. O'Brien WJ. (2002). *Dental materials and their selection.* 3rd ed. Chicago: Quintessence Pub. Co. 418 s.
2. PhD KJA DMD, Shen C, Rawls HR. (2012). *Phillips' science of dental materials*. Elsevier Health Sciences. 588 s.
3. Azer SS, Ayash GM, Johnston WM, Khalil MF, Rosenstiel SF. (2006). Effect of esthetic core shades on the final color of IPS Empress all-ceramic crowns. *Journal of Prosthetic Dentistry*, **96**(6):397-401.
4. Sadowsky SJ. (2006). An overview of treatment considerations for esthetic restorations: a review of the literature. *Journal of Prosthetic Dentistry*, **96**(6):433-42.
5. Vitti RP, Catelan A, Amaral M, Pacheco RR. (2019). Zirconium in dentistry. İçinde: *Advanced Dental Biomaterials* (İnternette). Elsevier. s. 317-345. Erişim 25.10.2024, http://www.scopus.com/inward/record.url?scp=85086635291&partnerID=8YFLogxK
6. Piconi C, Maccauro G. (1999). Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*, **20**(1):1-25.
7. Denry I, Kelly JR. (2008). State of the art of zirconia for dental applications. *Dental Materials,* **24**(3):299-307.
8. Swain M, Hannink R. (2005). Metastability of the Martensitic Transformation in a 12 mol% Ceria-Zirconia Alloy: II, Grinding Studies. J*ournal of the American Ceramic Society,* 72:1358-64.
9. Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümkemann N. (2017). Three generations of zirconia:From veneered to monolithic. *Part I. Quintessence International,* **48**(5):369-80.
10. Sun T, Zhou S, Lai R, Liu R, Ma S, Zhou Z, vd. (2014). Load-bearing capacity and the recommended thickness of dental monolithic zirconia single crowns. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 35:93-101.
11. Camposilvan E, Marro FG, Mestra A, Anglada M. (2015). Enhanced reliability of yttria-stabilized zirconia for dental applications. *Acta Biomaterialia,* 17:36-46.
12. Stawarczyk B, Ozcan M, Hallmann L, Ender A, Mehl A, Hämmerlet CHF. (2013). The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio. *Clinical Oral Investigations,* **17**(1):269-74.
13. Zhang F, Inokoshi M, Batuk M, Hadermann J, Naert I, Van Meerbeek B, vd. (2016). Strength, toughness and aging stability of highly-translucent Y-TZP ceramics for dental restorations. *Dental Materials,* **32**(12):e327-37.
14. Doğay D, Saraç D. (2022). Değişken sinterleme protokollerinin zirkonyanın optik ve mekanik özellikleri üzerindeki etkisi. *Journal of Turkish Dental Research,***1**(3):113-23.
15. Elisa Kauling A, Güth JF, Erdelt K, Edelhoff D, Keul C.(2020). Influence of speed sintering on the fit and fracture strength of 3-unit monolithic zirconia fixed partial dentures. *Journal of Prosthetic Dentistry,***124**(3):380-6.
16. Schönhoff LM, Lümkemann N, Buser R, Hampe R, Stawarczyk B. (2021). Fatigue resistance of monolithic strength-gradient zirconia materials. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials,*119:104504.

17. Wiedenmann F, Pfefferle R, Reichert A, Jerman E, Stawarczyk B. (2020). Impact of high-speed sintering, layer thickness and artificial aging on the fracture load and two-body wear of zirconia crowns. *Dental Materials,* **36**(7):846-53.
18. Matsui K, Yoshida H, Ikuhara Y. Isothermal sintering effects on phase separation and grain Growth in Yttria-Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal. (2009). *Journal of the American Ceramic Society,* **92**(2):467-75.
19. Awad MM, Alqahtani H, Al-Mudahi A, Murayshed MS, Alrahlah A, Bhandi SH. (2017). Adhesive bonding to computer-aided design/ computer-aided manufacturing esthetic dental materials: an overview. J*ournal of Contemporary Dental Practice,* **18**(7):622-6.
20. Blatz MB, Sadan A, Kern M. (2003). Resin-ceramic bonding: a review of the literature. *Journal of Prosthetic Dentistry,* **89**(3):268-74.
21. Fischer J, Stawarczyk B. (2007). Compatibility of machined Ce-TZP/Al_2O_3 nanocomposite and a veneering ceramic. *Dental Materials*, **23**(12):1500-5.
22. Moravej-Salehi E, Moravej-Salehi E, Valian A. (2016). Surface topography and bond strengths of feldspathic porcelain prepared using various sandblasting pressures. Journal of Investigative and Clinical Dentistry, **7**(4):347-54.
23. Tzanakakis EGC, Tzoutzas IG, Koidis PT. (2016). Is there a potential for durable adhesion to zirconia restorations? A systematic review. Journal of Prosthetic Dentistry, **115**(1):9-19.
24. Buyukhatipoglu I, Secilmis A. (2015). The use of Erbium: Yttrium-aluminum-garnet laser in cavity preparation and surface treatment: 3-year follow-up. European Journal of Dentistry, **9**(2):284-7.
25. Kato J, Moriya K, Jayawardena JA, Wijeyeweera RL. (2003). Clinical application of Er:YAG laser for cavity preparation in children. *Journal of Clinical Laser Medicine and Surgery,***21**(3):151-5.
26. Shiu P, De Souza-Zaroni WC, Eduardo C de P, Youssef MN. (2007). Effect of feldspathic ceramic surface treatments on bond strength to resin cement. *Photomedicine and Laser Surgery,* **25**(4):291-6.
27. Mörmann WH. (2006). The evolution of the CEREC system. J*ournal of the American Dental Association*,137 Suppl:7S-13S.
28. Zhang Y, Lee JJW, Srikanth R, Lawn BR. (2023). Edge chipping and flexural resistance of monolithic ceramics. *Dental Materials,* **29**(12):1201-8.
29. Lin WS, Ercoli C, Feng C, Morton D. (2012). The effect of core material, veneering porcelain, and fabrication technique on the biaxial flexural strength and weibull analysis of selected dental ceramics. Journal of Prosthodontics, **21**(5):353-62.
30. Staudacher M, Lube T, Schlacher J, Supancic P. (2021). Comparison of biaxial strength measured with the Ball-on-Three-Balls- and the Ring-on-Ring-test. *Open Ceramics,* 6:100101.
31. Bourauel C, Fries T, Drescher D, Plietsch R. (1998). Surface roughness of orthodontic wires via atomic force microscopy, laser specular reflectance, and profilometry. *European Journal of Orthodontics* (İnternette), **20**(1). Erişim 13.11.2024, https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/9558768/
32. ODTÜ Merkezi Laboratuvar. X-Işını difraktometresi (İnternette). Erişim 13.11.2024, http://merlab.metu.edu.tr/tr/x-isini-difraktometresi
33. Anusavice KJ, Shen C, Rawls HR. (2012). *Phillips' science of dental materials* (İnternette). Elsevier Health Sciences. Erişim 16.10.2024,

https://shop.elsevier.com/books/phillips-science-of-dental-materials/anusavice/978-1-4377-2418-9
34. Yavuzyılmaz H, Turhan B, Bavbek B, Kurt E. (2005). Tam porselen sistemleri II. *Gazi Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi,* **22**(1):49-60.
35. Preston JD. (1988). *Perspectives in dental ceramics: proceedings of the fourth international symposium on ceramics.* Quintessence Publishing Company. 484 s.
36. Zaimoğlu A, Can G, Ersoy E, Aksu L. *Diş hekimliğinde maddeler bilgisi* (İnternette). NadirKitap. Erişim 16.10.2024, https://www.nadirkitap.com/dis-hekimliginde-maddeler-bilgisi-a-zaimoglu-g-can-e-ersoy-l-aksu-kitap15291364.html
37. Korkmaz C. (2015). Tam seramiklerin diş Hekimliğindeki yeri. *Atatürk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi*, **24**(8):136-40.
38. Helvey G. (2013). Classification of Dental Ceramics. *Inside Dentistry.*
39. Denry I, Holloway JA. (2010). Ceramics for dental applications: A review. *Materials (Basel)*,**3**(1):351-68.
40.Shillingburg HT. (1997). *Fundamentals of Fixed Prosthodontic. ,*Quintessence Publishing Company. 600 s.
41. Beuer F, Schweiger J, Eichberger M, Kappert HF, Gernet W, Edelhoff D. (2009). High-strength CAD/CAM-fabricated veneering material sintered to zirconia copings--a new fabrication mode for all-ceramic restorations. *Dental Materials,***25**(1):121-8.
42. Sharkey S. (2010). Metal ceramic versus all ceramic restorations: part 1. *Journal of the Irish Dental Association,* **56**(4):196-9.
43. Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. (2007). Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. *Journal of Prosthetic Dentistry,* **98**(5):389-404.
44. Kelly JR, Benetti P. (2011). Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. *Australian Dental Journal,* **56** Suppl 1:84-96.
45. Gracis S, Thompson VP, Ferencz JL, Silva NRFA, Bonfante EA. (2015). A new classification system for all-ceramic and ceramic-like restorative materials. *The International Journal of Prosthodontics* (İnternette), **28**(3). Erişim 16.10.2024, https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/25965634/
46. Tuncelli B. (2017). Materials used for CAD/CAM restorations: review. *Türkiye Klinikleri Dişhekimliği Bilimleri Dergisi* (İnternette). Erişim 16.10.2024, https://www.academia.edu/113229598/Materials_Used_for_CAD_CAM_Restorations_Review
47. Ritzberger C, Apel E, Höland W, Peschke A, Rheinberger VM. (2010). Properties and clinical application of three types of dental glass-ceramics and ceramics for CAD-CAM technologies. *Materials (Basel)*, **3**(6):3700-13.
48. Studart AR, Filser F, Kocher P, Lüthy H, Gauckler LJ. (2007). Cyclic fatigue in water of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. *Dental Materials,* **23**(2):177-85.
49. Aziz A, El-Mowafy O, Paredes S. (2020). Clinical outcomes of lithium disilicate glass-ceramic crowns fabricated with CAD/CAM technology: A systematic review. *Dental and Medical Problems,***57**(2):197-206.
50. Zarone F, Di Mauro MI, Ausiello P, Ruggiero G, Sorrentino R. (2019). Current status on lithium disilicate and zirconia: a narrative review. *BMC Oral Health,* **19**(1):134.

51. Sriamporn T, Thamrongananskul N, Busabok C, Poolthong S, Uo M, Tagami J.(2014). Dental zirconia can be etched by hydrofluoric acid. *Dental Materials,* **33**(1):79-85.
52. Kim B, Zhang Y, Pines M, Thompson VP. (2007). Fracture of porcelain-veneered structures in fatigue. *Journal of Dental Research,* **86**(2):142-6.
53. Scherrer SS, Quinn GD, Quinn JB. (2008). Fractographic failure analysis of a Procera AllCeram crown using stereo and scanning electron microscopy. *Dental Materials,* **24**(8):1107-13.
54. Chevalier J, Gremillard L, Virkar AV, Clarke DR. (2009). The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends. J*ournal of the American Ceramic Society* (İnternette), **92**(9), 1901-1920. Erişim 16.10.2024, https://ceramics.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/j.1551-2916.2009.03278.x
55. Roualdes O, Duclos ME, Gutknecht D, Frappart L, Chevalier J, Hartmann DJ. (2010). In vitro and in vivo evaluation of an alumina-zirconia composite for arthroplasty applications. *Biomaterials,***31**(8):2043-54.
56. Kern F, Palmero P. (2013). Microstructure and mechanical properties of alumina 5 vol% zirconia nanocomposites prepared by powder coating and powder mixing routes. *Ceramics International*, **39**(1):673-82.
57. Nevarez-Rascon A, Aguilar-Elguezabal A, Orrantia E, Bocanegra-Bernal MH. (2009). Elaboration of alumina-zirconia composites: Role of the zirconia content on the microstructure and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A* (İnternette),**502**(1-2),112-117.Erişim16.10.2024,
https://www.researchgate.net/publication/258806263
58. Ban S. (2008). Reliability and properties of core materials for all-ceramic dental restorations. *Japanese Dental Science Review*, **44**(1):3-21.
59. Takano T, Tasaka A, Yoshinari M, Sakurai K. (2012). Fatigue strength of Ce-TZP/Al_2O_3 nanocomposite with different surfaces. *Journal of Dental Research*, **91**(8):800-4.
60. Tanaka K, Tamura J, Kawanabe K, Nawa M, Oka M, Uchida M, vd. (2002). Ce-TZP/Al_2O_3 nanocomposite as a bearing material in total joint replacement. *Journal of Biomedical Materials Research,***63**(3):262-70.
61. Silva LH da, Lima E de, Miranda RB de P, Favero SS, Lohbauer U, Cesar PF.(2017). Dental ceramics: a review of new materials and processing methods. *Brazilian Oral Research,***31**(suppl 1):e58.
62. Puri S. (2005). Techniques used to fabricate all-ceramic restorations in the dental practice. *Compendium of Continuing Education in Dentistry*, **26**(7):519-25; quiz 526-7.
63. Warreth A, Elkareimi Y. (2020). All-ceramic restorations: A review of the literature. *Saudi Dental Journal,* **32**(8):365-72.
64. Andersson M, Odén A.(1993). A new all-ceramic crown. A dense-sintered, high-purity alumina coping with porcelain. *Acta Odontologica Scandinavica,***51**(1):59-64.
65. Poticny DJ, Klim J.(2010). CAD/CAM in-office technology: innovations after 25 years for predictable, esthetic outcomes. *Journal of the American Dental Association,*141 Suppl 2:5S-9S.
66. Beuer F, Schweiger J, Edelhoff D. (2015). Assessment of chair-side computer-aided design and computer-aided manufacturing restorations: A review of the literature. *Journal of International Oral Health* (İnternette), **7**(4). Erişim 16.10.2024, https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/25954082/

67. Li RWK, Chow TW, Matinlinna JP. (2014). Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: state of the art. *Journal of Prosthodontics Research*,**58**(4):208-16.
68. Otto T, De Nisco S. (2002). Computer-aided direct ceramic restorations: a 10-year prospective clinical study of Cerec CAD/CAM inlays and onlays. *International Journal of Prosthodontics*,**15**(2):122-8.
69. Trushkowsky RD. (1998). Ceramic inlay fabrication with three-dimensional copy milling technology--Celay. *Compendium of Continuing Education in Dentistry,***19**(11):1077-80, 1082-1084 passim; quiz 1086.
70. Bidra AS, Taylor TD, Agar JR. (2013). Computer-aided technology for fabricating complete dentures: systematic review of historical background, current status, and future perspectives. *Journal of Prosthetic Dentistry,* **09**(6):361-6.
71. Chatham C, Spencer MH, Wood DJ, Johnson A. (2014). The introduction of digital dental technology into BDS curricula. *British Dental Journal*, **217**(11):639-42.
72. Melkos AB. (2005). Advances in digital technology and orthodontics: a reference to the Invisalign method. *Medical Science Monitor,***11**(5):PI39-42.
73. Wiechmann D, Rummel V, Thalheim A, Simon JS, Wiechmann L. (2003). Customized brackets and archwires for lingual orthodontic treatment. *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics,***124**(5):593-9.
74. Liu H, Liu D xu, Wang G, Wang C ling, Zhao Z. (2010). Accuracy of surgical positioning of orthodontic miniscrews with a computer-aided design and manufacturing template. *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics,***137**(6):728.e1-728.e10; discussion 728-729.
75. Fuster-Torres MA, Albalat-Estela S, Alcañiz-Raya M, Peñarrocha-Diago M.(2009). CAD / CAM dental systems in implant dentistry: update. *Medicina Oral, Patología Oral y Cirugía Bucal,***14**(3):E141-145.
76. Sykes LM, Parrott AM, Owen CP, Snaddon DR. (2004). Applications of rapid prototyping technology in maxillofacial prosthetics. *International Journal of Prosthodontics,* **17**(4):454-9.
77. Aslam K. (2024). A review on cad cam in dentistry. *Journal of The Pakistan Dental Association,* **33**(2), 139-145.
78. Durkan R, Deste Gökay G, Özkir S. (2018). Protetik diş tedavisi uygulamalarında kullanılan monolitik zirkonya seramik sistemleri ve kullanım alanları. *Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi* (İnternette), **45**(3). Erişim 25.10.2024, https://avesis.uludag.edu.tr/yayin/3500baea-9e9f-4a08-80f4-7a52a48f659b
79. Vega MM, Bonifacio A, Lughi V, Sergo V. (2015) Low-level monoclinic content detection in zirconia implants using raman spectroscopy. Içinde: Di Bartolo B, Collins J, Silvestri L, editörler. *Nano-Structures for Optics and Photonics.* Dordrecht: Springer Netherlands. s. 539-40.
80. Chevalier J, Loh J, Gremillard L, Meille S, Adolfson E. (2011). Low-temperature degradation in zirconia with a porous surface. *Acta Biomaterialia,***7**(7):2986-93.
81. Hatanaka GR, Polli GS, Adabo GL.(2020). The mechanical behavior of high-translucent monolithic zirconia after adjustment and finishing procedures and artificial aging. *Journal of Prosthetic Dentistry,***123**(2):330-7.
82. Muñoz-Saldaña J, Balmori-Ramírez H, Jaramillo-Vigueras D, Iga T, Schneider GA. (2003). Mechanical properties and low-temperature aging of tetragonal zirconia polycrystals processed by hot isostatic pressing. *Journal of Materials Research*,**18**(10):2415-26.

83. Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Donovan TE, Cooper LF, Walter R. (2016). Fracture rate of monolithic zirconia restorations up to 5 years: A dental laboratory survey. *Journal of Prosthetic Dentistry,* **116**(3):436-9.
84. Ardlin BI. (2002). Transformation-toughened zirconia for dental inlays, crowns and bridges: chemical stability and effect of low-temperature aging on flexural strength and surface structure. *Dental Materials*, **18**(8):590-5.
85. Triwatana P, Nagaviroj N, Tulapornchai C. (2012). Clinical performance and failures of zirconia-based fixed partial dentures: a review literature. *Journal of Advanced Prosthodontics,* **4**(2):76-83.
86. Giordano R. (2012). Zirconia: a proven, durable ceramic for esthetic restorations. *Compendium of Continuing Education in Dentistry*, **33**(1):46-9.
87. Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. (1999). The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. *Dental Materials,***15**(6):426-33.
88. Ulu H, Bayındır F. (2016). Monolitik zirkonyum restorasyonlar. *Atatürk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi,***26**(15):67-72.
89. Sailer I, Makarov NA, Thoma DS, Zwahlen M, Pjetursson BE. (2015). All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). *Dental Materials,* **31**(6):603-23.
90. Chevalier J, Deville S, Münch E, Jullian R, Lair F. (2004). Critical effect of cubic phase on aging in 3mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. *Biomaterials*,**25**(24):5539-45.
91. Denry I, Kelly JR. (2014). Emerging ceramic-based materials for dentistry. *Journal of Dental Research*, **93**(12):1235-42.
92. Zhang Y.(2014). Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dental Materials,* **30**(10):1195-203.
93. Bultan Ö, Öngül D, Türkoğlu P. (2016). Zirkonyanın mikroyapılarına ve üretim şekillerine göre sınıflandırılması. *Atatürk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi,* **26**(3), 429-435.
94. Raigrodski AJ. (2004). Contemporary all-ceramic fixed partial dentures: a review. *Dental Clinics of North America,***48**(2):viii, 531-44.
95. Suttor D, Bunke K, Hoescheler S, Hauptmann H, Hertlein G.(2001). LAVA--the system for all-ceramic ZrO_2 crown and bridge frameworks. I*nternational Journal of Computerized Dentistry*,**4**(3):195-206.
96. Blue DS, Griggs JA, Woody RD, Miller BH. (2003).Effects of bur abrasive particle size and abutment composition on preparation of ceramic implant abutments. *Journal of Prosthetic Dentistry,***90**(3):247-54.
97. Kondoh J, Shiota H, Kawachi K, Nakatani T. (2004). Yttria Concentration Dependence of Tensile Strength in Yttria-Stabilized Zirconia. *Journal of Alloys and Compounds*,365:253-8.
98. Cristache C, Burlibasa M, Cristache G, Drafta S, Popovici I, Iliescu A, vd. (2011). Zirconia and its biomedical applications. *Metalurgia International,* 16:18-23.
99. Vagkopoulou T, Koutayas SO, Koidis P, Strub JR. (2009). Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. E*uropean Journal of Esthetic Dentistry,***4**(2):130-51.

100. Atik E, Çivi C, Kökey C, Eyici G. (2016). Toz metal parçalar ile çelik parçaların indüksiyon ile sinterleme yöntemiyle birleştirilmesi. *Çukurova Üniversitesi Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Dergisi,* **31**(ÖS1), 117-122.
101. Inokoshi M, Zhang F, De Munck J, Minakuchi S, Naert I, Vleugels J, vd. (2014). Influence of sintering conditions on low-temperature degradation of dental zirconia. *Dental Materials,***30**(6):669-78.
102. Ruiz L, Readey MJ. (1996).Effect of Heat Treatment on Grain Size, Phase Assemblage, and Mechanical Properties of 3 mol% Y-TZP. *Journal of the American Ceramic Society,* **79**(9):2331-40.
103. Jansen JU, Lümkemann N, Letz I, Pfefferle R, Sener B, Stawarczyk B. (2019). Impact of high-speed sintering on translucency, phase content, grain sizes, and flexural strength of 3Y-TZP and 4Y-TZP zirconia materials. *Journal of Prosthetic Dentistry,* **122**(4):396-403.
104. Wong ACH, Tian T, Tsoi JKH, Burrow MF, Matinlinna JP. (2017). Aspects of adhesion tests on resin-glass ceramic bonding. *Dental Materials*, **33**(9):1045-55.
105. Vargas MA, Bergeron C, Diaz-Arnold A. (2011). Cementing all-ceramic restorations: recommendations for success. *Journal of the American Dental Association,*142 Suppl 2:20S-4S.
106. Addison O, Cao X, Sunnar P, Fleming GJP. (2012). Machining variability impacts on the strength of a "chair-side" CAD-CAM ceramic. *Dental Materials,* **8**(8):880-7.
107. Sevmez H, Güngör MB, Yılmaz H. (2018). Tam seramik restorasyonlarda uygulanan yüzey işlemleri. *Selcuk Dental Journal,* **5**(1), 94-102.
108. Kutsch VK. (1993). Lasers in dentistry: comparing wavelengths. J*ournal of the American Dental Association*,**124**(2):49-54.
109. Liu D, Matinlinna JP, Tsoi JKH, Pow EHN, Miyazaki T, Shibata Y, vd. (2013). A new modified laser pretreatment for porcelain zirconia bonding. *Dental Materials,***29**(5):559-65.
110. Aboushelib MN.(2011). Evaluation of zirconia/resin bond strength and interface quality using a new technique. *Journal of Adhesive Dentistry,***13**(3):255-60.
111. Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH.(2018). Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. *Dental Materials,***34**(1):13-28.
112. Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. (2007). Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Brazilian Oral Research*,**21**(1):10-5.
113. Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. (2006). Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin. *Journal of Prosthetic Dentistry,* **95**(6):430-6.
114. Ntala P, Chen X, Niggli J, Cattell M. (2010). Development and testing of multi-phase glazes for adhesive bonding to zirconia substrates. *Journal of Dentistry,***38**(10):773-81.
115. Kukiattrakoon B, Thammasitboon K. (2007). The effect of different etching times of acidulated phosphate fluoride gel on the shear bond strength of high-leucite ceramics bonded to composite resin. *Journal of Prosthetic Dentistry,***98**(1):17-23.
116. Bottino MA, Bergoli C, Lima EG, Marocho SMS, Souza RO, Valandro LF.(2014). Bonding of Y-TZP to dentin: effects of Y-TZP surface conditioning, resin cement type, and aging. *Operative Dentistry,***39**(3):291-300.

117. Druck CC, Pozzobon JL, Callegari GL, Dorneles LS, Valandro LF. (2015). Adhesion to Y-TZP ceramic: study of silica nanofilm coating on the surface of Y-TZP. *Journal of Biomedical Materials Research,* **03**(1):143-50.
118. Della Bona A, Anusavice KJ, Mecholsky JJ Jr. (2003). Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dental Materials* (İnternette), **19**(8). Erişim 13.11.2024, https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/14511726/
119. Aydın M, Mısırlıgil A. (2004). *Tıp ve Diş Hekimliğinde Genel ve Özel Mikrobiyoloji.* Ankara: Güneş Kitabevi.
120. Van Meerbeek B, De Munck J, Mattar D, Van Landuyt K, Lambrechts P. (2003). Microtensile bond strengths of an etch&rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment. *Operative Dentistry* (İnternette), **28**(5). Erişim 13.11.2024, https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/14531614/
121. Lapshin R. (2004). Feature-oriented scanning methodology for probe microscopy and nanotechnology. *Nanotechnology,* 15:1135-51.
122. Goldstein JI, Newbury DE, Michael JR, Ritchie NWM, Scott JHJ, Joy DC. (2018). *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis.* 4th ed. Springer. 550 s.
123. Sunnegårdh-Grönberg K, Peutzfeldt A, van Dijken JWV. (2003). Flexural strength and modulus of a novel ceramic restorative cement intended for posterior restorations as determined by a three-point bending test. *Acta Odontologica Scandinavica,***61**(2):87-92.
124. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, vd. (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental Materials,***26**(2):e100-121.
125. McLean JW. (1979). *The science and art of dental ceramics* (İnternette). Chicago: Quintessence Pub. Co. 346 s. Erişim 22.04.2025, http://archive.org/details/scienceartofdent0001mcle
126. Marinis A, Aquilino SA, Lund PS, Gratton DG, Stanford CM, Diaz-Arnold AM, vd. (2013). Fracture toughness of yttria-stabilized zirconia sintered in conventional and microwave ovens. *Journal of Prosthetic Dentistry*,**109**(3):165-71.
127. Tajti P, Solyom E, Czumbel LM, Szabó B, Fazekas R, Németh O, vd. (2024). Monolithic zirconia as a valid alternative to metal-ceramic for implant-supported single crowns in the posterior region: A systematic review and meta-analysis of randomized controlled trials. *Journal of Prosthetic Dentistry,***132**(5):881-9.
128. Mihali SG, Lolos D, Popa G, Tudor A, Bratu DC. (2022). Retrospective Long-Term Clinical Outcome of Feldspathic Ceramic Veneers. *Materials (Basel)*, **15**(6):2150.
129. da Silva AO, Fiorin L, Faria ACL, Ribeiro RF, Rodrigues RCS. (2022). Translucency and mechanical behavior of partially stabilized monolithic zirconia after staining, finishing procedures and artificial aging. *Scientific Reports*,12:16094.
130. Catramby MF, do Vale AL, Dos Santos HES, Elias CN. (2021). Effect of sintering process on microstructure, 4-point flexural strength, and grain size of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal for use in monolithic dental restorations. *Journal of Prosthetic Dentistry,***125**(5):824.e1-824.e8.
131. Roitero E, Reveron H, Gremillard L, Garnier V, Ritzberger C, Chevalier J. (2023). Ultra-fine Yttria-Stabilized Zirconia for dental applications: A step forward in the quest towards strong, translucent and aging resistant dental restorations. *Journal of the European Ceramic Society,* **43**(7):2852-63.

132. Juntavee N, Attashu S. (2018). Effect of different sintering process on flexural strength of translucency monolithic zirconia. *Journal of Clinical and Experimental Dentistry,* **10**(8):e821-30.
133. Cokic SM, Vleugels J, Van Meerbeek B, Camargo B, Willems E, Li M, vd. (2020). Mechanical properties, aging stability and translucency of speed-sintered zirconia for chairside restorations. *Dental Materials,* **36**(7):959-72.
134. Lubauer J, Schuenemann FH, Belli R, Lohbauer U. (2023). Speed-sintering and the mechanical properties of 3-5 mol% Y_2O_3-stabilized zirconias. *Odontology,* **111**(4):883-90.
135. Kaizer MR, Gierthmuehlen PC, Dos Santos MB, Cava SS, Zhang Y.(2017). Speed sintering translucent zirconia for chairside one-visit dental restorations: Optical, mechanical, and wear characteristics. *Ceramics International*, **43**(14):10999-1005.
136. Ahmed WM, Abdallah MN, McCullagh AP, Wyatt CCL, Troczynski T, Carvalho RM. (2019). Marginal discrepancies of monolithic zirconia crowns: The influence of preparation designs and sintering techniques. *Journal of Prosthodontics,***28**(3):288-98.
137. Nakamura K, Harada A, Kanno T, Inagaki R, Niwano Y, Milleding P, vd. (2015). The influence of low-temperature degradation and cyclic loading on the fracture resistance of monolithic zirconia molar crowns. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials,* 47:49-56.
138. Liu H, Inokoshi M, Xu K, Tonprasong W, Minakuchi S, Van Meerbeek B, vd. (2023). Does speed-sintering affect the optical and mechanical properties of yttria-stabilized zirconia? A systematic review and meta-analysis of in-vitro studies. J*apanese Dental Science Review,* 59:312-28.
139. Alshahrani AM, Lim CH, Wolff MS, Janal MN, Zhang Y. (2024). Current speed sintering and high-speed sintering protocols compromise the translucency but not strength of yttria-stabilized zirconia. *Dental Materials,***40**(4):664-73.
140. Rigos AE, Sarafidou K, Kontonasaki E. (2023). Zirconia bond strength durability following artificial aging: A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. J*apanese Dental Science Review,* 59:138-59.
141. Al-Amari AS, Saleh MS, Albadah AA, Almousa AA, Mahjoub WK, Al-Otaibi RM, vd. (2024). A comprehensive review of techniques for enhancing zirconia bond strength: current approaches and emerging innovations. *Cureu*s. **16**(10):e70893.
142. Özcan M, Bernasconi M. (2015). Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *Journal of Adhesive Dentistry,* **17**(1):7-26.
143. Li X, Liang S, Inokoshi M, Zhao S, Hong G, Yao C, vd. (2024). Different surface treatments and adhesive monomers for zirconia-resin bonds: A systematic review and network meta-analysis. *Japanese Dental Science Review*,60:175-89.
144. Fornaini C. (2013). Er:YAG and adhesion in conservative dentistry : clinical overview. *Laser Therapy,* **22**(1):31-5.
145. Aoki A, Mizutani K, Taniguchi Y, Lin T, Ohsugi Y, Mikami R, vd. (2024). Current status of Er:YAG laser in periodontal surgery. J*apanese Dental Science Review,* 60:1-14.
146. Dostalova T, Jelinkova H, Housova D, Sulc J, Nemec M, Miyagi M, vd. (2004). Diode laser-activated bleaching. *Brazilian Dental Journal,* **15**, SI3-8.
147. Lima GBB, Queiroga IS de M, Alves-Silva EG, Melo EL de, Gerbi MEM de M, Bispo MEA, vd. (2021). O uso do laser Er:YAG na Odontologia: revisão integrativa. *Research, Society and Development,***10**(3):e9310313063-e9310313063.

148. Stübinger S, Homann F, Etter C, Miskiewicz M, Wieland M, Sader R. (2008). Effect of Er:YAG, CO_2 and diode laser irradiation on surface properties of zirconia endosseous dental implants. *Lasers in Surgery and Medicine*, **40**(3):223-8.
149. Abdullah H, Abdulsamee N, Farouk H, Saba DA. (2024). Effect of Er:YAG laser surface treatment on surface properties and shear-bond strength of resin-cement to three translucent zirconia: an in-vitro study. *Discover Materials,* **4**(1):35.
150. Barreto LAL, Grangeiro MTV, Prado PHCO, Bottino MA, Dal Piva AM de O, Ramos N de C, vd. (2023). Effect of finishing protocols on the surface roughness and fatigue strength of a high-translucent zirconia. *International Journal of Dentistry,*2023:8882878.
151. Morsy N, Kateb ME, Ghoneim MM, Holiel AA. (2024). Surface roughness, wear, and abrasiveness of printed and milled occlusal veneers after thermomechanical aging. *The Journal of Prosthetic Dentistry,* **132**(5):984.e1-984.e7.
152. Sato H, Yamada K, Pezzotti G, Nawa M, Ban S. (2008). Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment. *Dental Materials,* **27**(3):408-14.
153. Moon JE, Kim SH, Lee JB, Ha SR, Choi YS. (2011). The effect of preparation order on the crystal structure of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal and the shear bond strength of dental resin cements. *Dental Materials,***27**(7):651-63.
154. Alves M, Campos F, Bergoli CD, Bottino MA, Özcan M, Souza R. (2016). Effect of adhesive cementation strategies on the bonding of Y-TZP to human dentin. *Operative Dentistry*,**41**(3):276-83.
155. Lima RBW, Leite JVC, Santos JV do N, Barbosa LMM, Neto HNM, da Silva JGR, Muniz I de AF, Campos DES, de Souza GM. (2023). Tribochemical silica-coating or alumina blasting for zirconia bonding? A systematic review of in vitro studies. *International Journal of Adhesion and Adhesives,* 127, 103554.
156. Al-Haj Husain N, Özcan M, Dydyk N, Joda T. (2022). Conventional, speed sintering and high-speed sintering of zirconia: A systematic review of the current status of applications in dentistry with a focus on precision, mechanical and optical parameters. *Journal of Clinical Medicine*, **11**(16):4892.
157. Strickstrock M, Rothe H, Grohmann S, Hildebrand G, Zylla IM, Liefeith K, Krüger M, Bossert J, Eberhardt W. (2017). Influence of surface roughness of dental zirconia implants on their mechanical stability, cell behavior and osseointegration. *BioNanoMaterials,* **18**(1-2).
158. Kurtulmus-Yilmaz S, Cengiz E, Ongun S, Karakaya I. (2019). The effect of surface treatments on the mechanical and optical behaviors of CAD/CAM restorative materials. *Journal of Prosthodontics*,**28**(2):e496-503.
159. Ergun Kunt G, Duran I. (2018). Effects of laser treatments on surface roughness of zirconium oxide ceramics. *BMC Oral Health*,**18**(1):222.
160. Turp V, Akgungor G, Sen D, Tuncelli B. (2014). Evaluation of surface topography of zirconia ceramic after Er:YAG laser etching. *Photomedicine and Laser Surgery,* **32**(10):533-9.
161. Cavalcanti AN, Pilecki P, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Giannini M, Marchi GM. (2009). Evaluation of the surface roughness and morphologic features of Y-TZP ceramics after different surface treatments. *Photomedicine and Laser Surgery,***27**(3):473-9.
162. Bitencourt SB, Ferreira LC, Mazza LC, Dos Santos DM, Pesqueira AA, Theodoro LH. (2021). Effect of laser irradiation on bond strength between zirconia and resin cement or

veneer ceramic: A systematic review and meta-analysis. *Journal of Indian Prosthodontic Society,* **21**(2):125-37.
163. Ersoy NM, Aydoğdu HM, Değirmenci BÜ, Çökük N, Sevimay M. (2015). The effects of sintering temperature and duration on the flexural strength and grain size of zirconia. *Acta Biomaterialia Odontol Scand*,**1**(2-4):43-50.
164. Vafaei F, Shahbazi A, Hooshyarfard A, Najafi AH, Ebrahimi M, Farhadian M. (2022). Effect of sintering temperature on translucency parameter of zirconia blocks. *Dental Research Journal,* 19, 82.
165. Öztürk C, Can G. (2019). Effect of sintering parameters on the mechanical properties of monolithic zirconia. *Journal of Dental Research, Dental Clinics, Dental Prospects,* **13**(4), 247-252.
166. Kirmali O, Kustarci A, Kapdan A. (2015). Surface roughness and morphologic changes of zirconia: Effect of different surface treatment. *Nigerian Journal of Clinical Practice,***18**(1):124.
167. Nakamura T, Nakano Y, Usami H, Okamura S, Wakabayashi K, Yatani H. (2020). In vitro investigation of fracture load and aging resistance of high-speed sintered monolithic tooth-borne zirconia crowns. *Journal of Prosthodontics Research*,**64**(2):182-7.
168. Guazzato M, Albakry M, Quach L, Swain MV. (2004). Influence of grinding, sandblasting, polishing and heat treatment on the flexural strength of a glass-infiltrated alumina-reinforced dental ceramic. *Biomaterials,***25**(11):2153-60.
169. Akyil MS, Uzun IH, Bayindir F. (2010). Bond strength of resin cement to yttrium-stabilized tetragonal zirconia ceramic treated with air abrasion, silica coating, and laser irradiation. *Photomedicine and Laser Surgery,* **28**(6):801-8.
170. da Silva BTF, Trevelin LT, Schroeter AC, Willers AE, Cesar PF, Matos AB. (2021). Effect of silica coating and laser treatment on the flexural strength, surface characteristics, and bond strength of a dental zirconia. *European Journal of Oral Sciences,***129**(1):e12754.
171. Liu H, Inokoshi M, Nozaki K, Shimizubata M, Nakai H, Cho Too TD, vd. (2022). Influence of high-speed sintering protocols on translucency, mechanical properties, microstructure, crystallography, and low-temperature degradation of highly translucent zirconia. *Dental Materials,***38**(2):451-68.
172. Durkan R, Deste Gökay G, Şimşek H, Yilmaz B. (2022). Biaxial flexural strength and phase transformation characteristics of dental monolithic zirconia ceramics with different sintering durations: An in vitro study. *Journal of Prosthetic Dentistry,***128**(3):498-504.
173. Dokuzlu SN, Subaşı MG. (2024). Effect of sintering programs and surface treatments on monolithic zirconia. *Journal of Advanced Prosthodontics,***16**(1):25-37.
174. Sawangsri K, Makowka S, Bencharit S, Kim H. Effect of sintering cycle on the strength and translucency of multilayered zirconia. *Journal of Prosthodontics* (İnternette). Erişim 28.06.2025, https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1111/jopr.13956
175. Mohamed O, Kim H, Makowka S, AlMozayen A, Sawangsri K, Li R.(2025). Impact of speed sintering on the mechanical and optical properties of multilayered zirconia. *Journal of Prosthetic Dentistry,***133**(1):280.e1-280.e6.
176.Mayinger F, Ender A, Strickstrock M, Elsayed A, Nassary Zadeh P, Zimmermann M, vd. (2024). Impact of the sintering parameters on the grain size, crystal phases, translucency, biaxial flexural strength, and fracture load of zirconia materials. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials,*155:106580.

177. Juntavee N, Juntavee A, Jaralpong C. (2024). Flexural strength of two multilayered and monochromatic high yttria containing zirconia materials following different sintering parameters. *European Journal of Dentistry,* **18**(2), 551-562.
178. Shahbazi A, Vafaei F, Hooshyarfard A, Nosrati E, Nazari M, Farhadian M. (2022). Effect of sintering temperature on flexural strength of two types of zirconia. *Frontiers in Dentistry,* 19, 31.
179. Jerman E, Wiedenmann F, Eichberger M, Reichert A, Stawarczyk B. (2020). Effect of high-speed sintering on the flexural strength of hydrothermal and thermo-mechanically aged zirconia materials. *Dental Materials,***36**(9):1144-50.
180. Zhang F, Van Meerbeek B, Vleugels J. (2020). Importance of tetragonal phase in high-translucent partially stabilized zirconia for dental restorations. *Dental Materials*, **36**(4):491-500.
181. Kim HK, Ahn B. (2021). Effect of Al_2O_3 sandblasting particle size on the surface topography and residual compressive stresses of three different dental zirconia grades. *Materials (Basel),***14**(3):610.
182. Tian J, Liao HJ, Ho WF, Hsu HC, Wu SC. (2025). Influence of different surface treatments on the low-temperature degradation of three commercial yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal. *Materials (Basel),***18**(11):2543.
183. Gonçalves F, Ayala-Perez MD, Reis FCDS, Miranda-Júnior WG, Boaro LCC. (2024). Exploring zirconia adhesion: Pre and postsintering physical surface treatment, chemical treatment, and cement interactions. *BioMed Research International*, 2024:5394652.
184. Śmielak B, Klimek L. (2024). Alternative treatments for zirconium oxide to compare commonly used surface treatments to determine which has the least effect on the phase transformation. *Materials (Basel)*,**17**(21):5175.
185. Koizumi H, Nakayama D, Komine F, Blatz MB, Matsumura H. (2012). Bonding of resin-based luting cements to zirconia with and without the use of ceramic priming agents. *Journal of Adhesive Dentistry,***14**(4):385-92.
186. Scherrer SS, Denry IL, Wiskott HW. (1998). Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic. *Dental Materials,***14**(4):246-55.
187. Valian A, Moravej-Salehi E. (2014). Surface treatment of feldspathic porcelain: scanning electron microscopy analysis. *The Journal of Advanced Prosthodontics,***6**(5):387.
188. Filiz H, Avunduk ATE, Yanardağ EC. (2023). Diş hekimliğinde yüzey pürüzlülüğü araştırma yöntemleri: derleme makalesi. J*ournal of Dentistry Faculty of Usak University*,**2**(2):28-35.