



TÜRKİYE CUMHURİYETİ
KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
DİŞ HEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ

PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI

**FİBER LAZER UYGULAMALARININ
POLİETERETERKETON (PEEK) İLE REZİN
SİMAN MATERYALİ ARASINDAKİ
BAĞLANTIYA ETKİSİNİN İNCELENMESİ**

Betül KUYUMCU

UZMANLIK TEZİ

Prof. Dr. Fatih Mehmet KORKMAZ

TRABZON-2022



TÜRKİYE CUMHURİYETİ
KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
DİŞ HEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ

PROTETİK DİŞ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI

**FİBER LAZER UYGULAMALARININ
POLİETERETERKETON (PEEK) İLE REZİN
SİMAN MATERYALİ ARASINDAKİ
BAĞLANTIYA ETKİSİNİN İNCELENMESİ**

Betül KUYUMCU
ORCID: 0000-0002-4071-4249

UZMANLIK TEZİ

Prof. Dr. Fatih Mehmet KORKMAZ
ORCID: 0000-0001-9324-2014

TRABZON-2022

ONAY

Karadeniz Teknik Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı Uzmanlık öğrencisi Betül KUYUMCU'nun hazırladığı “Fiber Lazer Uygulamalarının Polietereeterketon (PEEK) ile Rezin Siman Materyali Arasındaki Bağlantıya Etkisinin İncelenmesi” başlıklı tez Tıpta ve Diş Hekimliğinde Uzmanlık Eğitimi Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca kapsam ve bilimsel kalite yönünden değerlendirilerek oy birliği ile Uzmanlık Tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Savunma Tarihi:

BEYAN

Bu tez çalışmasının Karadeniz Teknik Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü Tez Hazırlama ve Yazım Kılavuzu standartlarına uygun olarak yazıldığını, tezin akademik ve etik kurallara bağlı kalınarak gerçekleştirilmiş özgün bir bilimsel araştırma eserim olduğunu, tezde yer alan ve bu tez çalışmasıyla elde edilmeyen tüm bilgi ve yorumlara kaynak gösterdiğimi ve kullanılan kaynakların kaynaklar listesinde yer aldığını, tezin çalışılması ve yazımı aşamalarda patent ve telif haklarını ihlal edici bir davranışımın olmadığını beyan ederim.

14/03/2022

Araş. Gör. Dt. Betül KUYUMCU
(İmza)

İthaf

Bu diş hekimliğinde uzmanlık tezimi, benim bu günlere gelmem için hiçbir fedakârlıktan kaçınmayan sevgili aileme ve her zaman yanımda olan desteğini esirgemeyen canım eşime ithaf ediyorum.



TEŞEKKÜR

Uzmanlık sürecim ve tez çalışma sürecim boyunca değerli bilgilerini benimle paylaşan, mesleki ve manevi olarak hiçbir desteğini esirgemeyen, kıymetli danışman hocam Prof. Dr. Fatih Mehmet KORKMAZ'a,

Uzmanlık eğitimim süresince bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım değerli hocalarım Prof. Dr. Sedanur TURGUT ve Doç. Dr. Elif AYDOĞAN AYAZ'a,

Tezimin istatistiksel analizinde bilgisinden faydalandığım değerli hocam Prof. Dr. Tamer TÜZÜNER'e,

Tezimin deney çalışmalarında destek sağlayan Sayın Prof. Dr. Genççağa PÜRÇEK, Dr. Öğr. Üyesi Harun YANAR ve Fiberlast Lazer Sistemleri'ne,

Tez çalışmama TDH-2020-8914 numarası ile destek sağlayan Karadeniz Teknik Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimine,

Uzmanlık eğitimim süresince birlikte çalışmaktan mutluluk duyduğum bölüm arkadaşlarıma,

Trabzon'da geçirdiğim süre boyunca bana bu şehri sevdiren, beraber çok iyi vakit geçirdiğim, her zaman yanımda olan kıymetli arkadaşlarım Elif ve Pelin'e,

Karşılıksız sevgilerini hep üzerimde hissettiğim sevgili aileme,

Zorlandığım ve mutlu olduğum her anda desteğiyle yanımda olan, bana güvenen ve beni varlığıyla güçlendiren canım eşim Furkan KUYUMCU'ya teşekkürlerimi sunarım.

Arş. Gör. Dt. Betül KUYUMCU

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
İÇ KAPAK SAYFASI	
ONAY	
BEYAN	
İthaf	
TEŞEKKÜR	
İÇİNDEKİLER	vi
TABLolar DİZİNİ	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
RESİMLER DİZİNİ	xi
KISALTMA, SİMGE VE FORMÜLLER DİZİNİ	xv
ÖZET	xviii
ABSTRACT	xix
1.GİRİŞ VE AMAÇ	1
2. GENEL BİLGİLER	3
2.1. Polimer Yapısı ve Polieteterketon (PEEK)	3
2.1.1. PEEK’ in Genel Özellikleri	4
2.1.2. PEEK’in Medikal Kullanım Alanı	6
2.1.3. PEEK’in Diş Hekimliğinde Kullanım Alanı	7
2.1.4. PEEK Alt Yapının Üretim Yöntemleri	10
2.1.4.1. Enjeksiyon Kalıplama Yöntemi	10
2.1.5. PEEK Kompozit Çeşitleri	10
2.1.6. PEEK Materyaline Uygulanan Yüzey İşlemleri	12
2.2. Rezin Simanlar	24
2.2.1. Kimyasal Olarak Polimerize Olan (Self-Cure) Rezin Simanlar	25

2.2.2 Işıklı Polimerize Olan (Light-Cure) Rezin Simanlar	25
2.2.3 Hem Işıklı Hem de Kimyasal Olarak Polimerize Olan (Dual-Cure) Rezin Simanlar	26
2.3. Self-Adeziv Rezin Simanlar	26
2.4. Yapay Yaşlandırma	28
2.4.1. Termal Yaşlandırma	28
2.5. Materyallerin Yüzeylerini İncelemek Amacıyla Kullanılan Yüzey Analiz Yöntemleri	28
2.5.1. Profilometre ile Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümü	28
2.5.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (TEM)	29
2.5.3. Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS)	29
2.6. İki Farklı Materyal Arasındaki Bağlantı Dayanımının Değerlendirilmesinde Kullanılan Mekanik Test Yöntemleri	30
2.6.1. Makaslama (Shear) Bağlanma Dayanımı Testi	30
2.6.2. Mikro Makaslama (Micro-shear) Bağlantı Testi	30
2.6.3. Gerilim (Tensile) Bağlanma Dayanımı Testi	31
2.6.4. Mikro Gerilim (Micro-tensile) Testi	31
3. GEREÇ VE YÖNTEM	32
3.1 PEEK Örneklerin Hazırlanması	33
3.1.1. PEEK Örneklerin Akrilik Silindirlere Gömülmesi ve Son Polisaj İşlemlerinin Yapılması	34
3.1.2. PEEK Örneklerine Uygulanan Yüzey İşlemleri	35
3.1.3 Yüzey İşlemleri Sonrasında Yüzey Pürüzlülük Değerlerinin Ölçümü	40
3.1.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (TEM) Analizi	41
3.2 PEEK Örneklerle Adezinin Uygulanması	42
3.3 PEEK Örneklerle Rezin Siman Uygulanması	43
3.4 Termal Yaşlandırma Uygulanması	44

3.5 Baęlanma Dayanımı Ölçölmesi	44
3.6. Kırılma Şekillerinin İncelenmesi	45
3.7 Taramalı Elektron Mikroskop (TEM) ve Enerji Daęılım Spektrometresi (EDS) Analizi	46
3.8 İstatistiksel Analiz	46
4. BULGULAR	47
4.1. Yüzey Pürüzlölüęü Bulguları	47
4.2. Makaslama Baęlanma Dayanım Testi Bulguları	48
4.3. Kırılma Tipi Bulguları	50
4.4. Yüzey işlemleri yapılan örneklerin Taramalı Elektron Mikroskop (TEM) Bulguları	52
4.5. Makaslama Baęlantı Deneyi Testi Sonrası Örneklerinin Kırılma Yüzeylerinin Taramalı Elektron Mikroskop (TEM) ve Enerji Daęılım Spektrometresi (EDS) Analizi	54
5.TARTIŞMA VE SONUÇ	64
6. KAYNAKLAR	84
ÖZGEÇMİŞ	106

TABLÖLAR DİZİNİ

Tablo 1. Farklı materyallerin elastik modül değerleri	5
Tablo 2. Çalışmada kullanılan materyaller	32
Tablo 3. Çalışmada kullanılan cihazlar.....	33
Tablo 4. Yüzey pürüzlülük değerleri (μm)	47
Tablo 5. Makaslama bağlantı değerleri (MPa)	48
Tablo 6. Makaslama bağlantı testi tek yönlü ANOVA tablosu	49
Tablo 7. Gruplarda ki örneklerin kırılma tipleri	51



ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1. Lazerlerin sınıflandırılması	17
Şekil 2. Yüzey pürüzlülüğü değerleri (μm).....	47
Şekil 3. Makaslama bağlanma değerleri (MPa)	49
Şekil 4. Gruplarda ki örneklerin kırılma tiplerinin oranları (%)	51



RESİMLER DİZİNİ

Resim 1. Polietereterketonun kimyasal yapısı	3
Resim 2. Elektromanyetik spektrum	18
Resim 3. A: PEEK örneklerin yazılım programında tasarımı B: Çalışmamızda kullanılan BioHPP PEEK blok, C: CAD/CAM ile elde edilmiş 8x8x16 mm boyutlarında örneklerin görünümü.....	33
Resim 4. A: 8x8x3 mm'lik boyutlarda numune elde edilmesi için kullanılan hassas kesim cihazı, B: 3 mm kalınlığındaki numunenin dijital kumpas ile ölçümü.....	34
Resim 5. Kesilen PEEK örneklerinin otopolimerizan akrilik reçineye gömülmüş hali.....	34
Resim 6. A: Otomatik zımpara cihazı, B: Ultrasonik makine	35
Resim 7. Yüzey işlemi uygulanmamış örnekler	36
Resim 8. A: Al ₂ O ₃ kum paketi B: Kumlama cihazı	36
Resim 9. Al ₂ O ₃ Kumlama ile yüzeyi pürüzlendirilmiş örnekler	37
Resim 10. Metal primer uygulaması	37
Resim 11. Seramik primer uygulaması	38
Resim 12. A: Ultrahızlı fiber lazer sistem cihazı B: Ultrahızlı fiber lazer uygulanan örnekler	38
Resim 13. Ultrahızlı fiber lazer ile yüzeyi pürüzlendirilmiş örnekler	39
Resim 14. Er, Cr: YsGG lazer ile yüzeyi pürüzlendirme.....	39
Resim 15. Er, Cr: YsGG lazer ile yüzeyi pürüzlendirilmiş örnekler	40
Resim 16. Profilometre cihazı.....	41
Resim 17. A: SEM görüntüleme cihazı B: Altın kaplama cihazı	42
Resim 18. Visio.link primer uygulaması	42
Resim 19. Polimerizasyon ünitesi	43
Resim 20. Panavia SA Cement Plus'ın görüntüsü	43
Resim 21. A: Pipet kalıp ile rezin siman uygulaması, B: Resin simanın polimerizasyonu .	44
Resim 22. Termal yaşlandırma işlemi.....	44

Resim 23. A: Hazırlanan metal kalıp ve bıçak B: Bağlanma dayanımı testi uygulaması...	45
Resim 24. Çalışmamızda kullanılan stereomikroskop	45
Resim 25. EDS analizi	46
Resim 26. Kontrol grubunun TEM görüntüleri, a. x250 büyütme, b. x2000 büyütme.....	52
Resim 27. Kumlama grubunun TEM görüntüleri, a. x250 büyütme, b. x2000 büyütme ...	52
Resim 28. Ultrahızlı fiber lazer grubunun TEM görüntüleri, a. x250 büyütme, b. x2000 büyütme	53
Resim 29. Er, Cr: YsGG lazer grubunun TEM görüntüleri, a. x250 büyütme, b. x2000 büyütme	53
Resim 30. Kontrol grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)	54
Resim 31. Kontrol grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları.....	54
Resim 32. Kumlama grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)	55
Resim 33. Kumlama grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları.....	55
Resim 34. Kumlama grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (mix)	55
Resim 35. Kumlama grubunun mix tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları.....	55
Resim 36. Kumlama+metal primer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)	56
Resim 37. Kumlama+metal primer grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları	56
Resim 38. Kumlama+metal primer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (mix)	56
Resim 39. Kumlama+metal primer grubunun mix tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları	57
Resim 40. Kumlama+seramik primer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)	57

Resim 41. Kumlama+seramik primer grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları	57
Resim 42. Ultrahızlı fiber lazer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)	58
Resim 43. Ultrahızlı fiber lazer grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları	58
Resim 44. Ultrahızlı fiber lazer+metal primer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)	58
Resim 45. Ultrahızlı fiber lazer+metal primer grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları	59
Resim 46. Ultrahızlı fiber lazer+metal primer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (mix)	59
Resim 47. Ultrahızlı fiber lazer+metal primer grubunun mix tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları	59
Resim 48. Ultrahızlı fiber lazer+seramik primer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)	60
Resim 49. Ultrahızlı fiber lazer+seramik primer grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları	60
Resim 50. Ultrahızlı fiber lazer+seramik primer grubunun tip kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (mix)	60
Resim 51. Ultrahızlı fiber lazer+seramik primer grubunun mix tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları	61
Resim 52. Er, Cr: YsGG lazer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)	61
Resim 53. Er, Cr: YsGG lazer grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları	61
Resim 54. Er, Cr: YsGG lazer+metal primer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)	62

Resim 55. Er, Cr: YsGG lazer+metal primer grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları.....	62
Resim 56. Er, Cr: YsGG lazer+seramik primer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)	62
Resim 57. Er, Cr: YsGG lazer+seramik primer grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları.....	63



KISALTMA, SİMGE ve FORMÜLLER DİZİNİ

Kısaltmalar

Ark.	Arkadaşları
BioHPP	Seramik takviyeli polietereterketon
Bis-DMA	Bisfenol A dimetakrilat
Bis-GMA	Bisfenol A glisidildimetakrilat
BPDM	Bifenildimetakrilat
CFR PEEK	Karbon fiber takviyeli polietereterketon
Er, Cr: YsGG	Erbium, chromium: yttrium scandium gallium garnet
Er: YAG	Erbium yttrium aluminium garnet
FHA	Florohidroksiapatit
GFR PEEK	Cam fiber takviyeli polietereterketon
GPa	Gigapaskal
HEMA	Hidroksietil metakrilat
ISO	Uluslararası standartizasyon örgütü
KGy	Kilogay
LED	Light emitting diode
MDP	10-Metakriloloksidesil dihidrojen fosfat
MGy	Megagay
mm	Milimetre
mm²	Milimetrekare
mm/dk	Milimetre/dakika
µm	Mikrometre
MMA	Metil metakrilat
MPa	Megapaskal

N	Newton
Nd: YAG	Neodmium: yttrium-aluminium-garnet
nm	Nanometre
PAEK	Poliarileterketon
PEEK	Polietereterketon
PENTA	PENTA-akrilat fosfat
PETIA	Pentaeritritol triakrilat
PMMA	Polimetilmetakrilat
Ra	Yüzey pürüzlülüğü
Rz	Maksimum pürüzlülük derinliği
SEM	Scanning electron microscope
SiC:	Silikon karbid
sn	Saniye
TEGDMA	Trietilen glikol dimetakrilat
TCB	Triklorobenzen
TEM	Taramalı elektron mikroskobu
UDMA	Üretan dimetakrilat
VTD	6-(4-vinilbenzil-n-propil)amino-1,3,5-triazine-2,4-dithiol, -dithione tautome
Simgeler	
°C	Santigrad derece
%	Yüzde
II	Pi sayısı
Formüller	
Al₂O₃	Alüminyum oksit

CH₃SO₃H	Metil sülfonik asit
H₂SO₄	Sülfürik asit
Nd	Neodmium
Si	Silisyum
SiO₂	Silisyum dioksit
Ti	Titanyum
Tm	Thulium
Yb	Ytterbium
Zr	Zirkonyum
ZrO₂	Zirkonyum dioksit

ÖZET

Fiber Lazer Uygulamalarının Polietereeterketon (PEEK) ile Rezin Siman Materyali Arasındaki Bağlantıya Etkisinin İncelenmesi

Bu çalışmanın amacı; ultrahızlı fiber lazerin PEEK'in yüzey pürüzlülüğüne ve rezin simanla olan bağlantıya etkisini araştırmaktır. Bu çalışmada PEEK bloklardan 114 adet örnek (8x8x3 mm) elde edildi. Örnekler rastgele 10 ayrı gruba ayrıldı; 1. Grup (Ko); yüzey işlemi uygulanmayan (kontrol), 2. Grup (Ku); 50 µm Al₂O₃ ile kumlama, 3. Grup (KuMP); 50 µm Al₂O₃ ile kumlama ve metal primer uygulaması, 4. Grup (KuSP); 50 µm Al₂O₃ ile kumlama ve seramik primer uygulaması, 5. Grup (Uf); ultrahızlı fiber lazer (5w) uygulaması, 6. Grup (UfMP); ultrahızlı fiber lazer ve metal primer uygulaması, 7. Grup (UfSP); ultrahızlı fiber lazer ve seramik primer uygulaması, 8. grup (Er); Er, Cr; YsGG lazer (3w) uygulaması, 9. Grup (ErMP); Er, Cr; YsGG lazer ve metal primer uygulaması, 10. Grup (ErSP); Er, Cr; YsGG lazer ve seramik primer uygulaması. Örneklerin yüzey pürüzlülüğü ölçümü profilometre ile yapıldı. Her gruptan bir örnek Taramalı Elektron Mikroskobu (TEM) ile incelendi. Örnekler metal (Alloy Primer) veya seramik (Clearfil Ceramic Primer Plus) primer uygulaması yapıldı. Tüm örnekler adeziv ajan (Visio.link) ve rezin siman (Panavia SA Cement Plus) uygulaması yapıldı. Tüm örnekler 5000 sıklusa kadar termal yaşlandırma işlemine tabi tutuldu. Makaslama testi uygulanarak kırılma değerleri hesaplandı. Her gruptan birer örnek TEM ve Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS) analiziyle incelendi. Veriler tek yönlü Anova ve Tukey'in post hoc testi ile analiz edildi. Bu çalışmada diğer yüzey işlemlerine göre en yüksek yüzey pürüzlülüğü değeri Er grubunda tespit edildi. Sonuçlara göre en yüksek bağlanma dayanım değeri Ku grubunda tespit edilirken, en düşük değerler sırasıyla Er, ErMP, ErSP, gruplarında bulundu. Er, Cr; YsGG lazer ile pürüzlendirilen örneklerin TEM görüntülerinde PEEK yüzeylerinde oluşan kraterimsi alanlara adezivin ve rezin simanın akamadığı görülmektedir. Uf grubu kontrol grubuna göre anlamlı derecede daha yüksek bağlantı değerleri gösterdi (p<0.05). Mekanik yüzey işlemleri sonrası metal ve seramik primer uygulaması bağlantı değerinde bir artış sağlamadı. Sonuç olarak, fiber lazer uygulamaları PEEK ile rezin siman arasındaki bağlantıyı artırmada kumlama işlemine bir alternatif olabilir. Ayrıca Er, Cr; YsGG lazer ile pürüzlendirme işlemi her ne kadar PEEK yüzeyinde retantif çukurlar oluştursa da adezivin ve rezin simanın bu çukurlara akamamasından dolayı yeterli mekanik kilitleme elde edilememiştir.

Anahtar kelimeler: PEEK, rezin siman, fiber lazer, bağlanma dayanımı

ABSTRACT

Investigation of the Effect of Fiber Laser Applications on the Bonding Between Polyetheretherketone (PEEK) and Resin Cement Material

The aim of this study; To investigate the effect of ultrafast fiber laser on the surface roughness of PEEK and its bond with resin cement. In this study, 114 samples (8x8x3 mm) were obtained from PEEK blocks. The samples were randomly divided into 10 separate groups: Group 1 (Ko); untreated (control), Group 2 (Ku); sandblasted with 50 μm Al_2O_3 , Group 3 (KuMP); sandblasting with 50 μm Al_2O_3 and metal primer application, Group 4 (KuSP); sandblasting with 50 μm Al_2O_3 and ceramic primer application, Group 5 (Uf); ultrafast fiber laser (5W) application, Group 6 (UfMP); ultrafast fiber laser and metal primer application, Group 7 (UfSP); ultrafast fiber laser and ceramic primer application, Group 8 (Er); Er, Cr; YsGG laser (3W) application was made, Group 9 (ErMP); Er, Cr; YsGG laser and metal primer application, Group 10 (ErSP); Er, Cr; YsGG laser and ceramic primer application. The surface roughness of the samples was measured with a profilometer. One sample from each group was examined with a Scanning Electron Microscope (SEM). Metal (Alloy Primer) or ceramic (Clearfil Ceramic Primer Plus) primers were applied to the samples. Adhesive agent (Visio.link) and resin cement (Panavia SA Cement Plus) were applied to all samples. All samples were thermally aged up to 5000 cycles. Fracture values were calculated by applying shear test. One sample from each group was analyzed by TEM and Energy Distribution Spectrometry (EDS) analysis. Data were analyzed by one-way Anova and Tukey's post hoc test. In this study, the highest surface roughness value was determined in the Er group compared to other surface treatments. According to the results, the highest bond strength value was found in the Ku group, while the lowest values were found in the Er, ErMP and ErSP groups, respectively. In the SEM images of the samples roughened with Er,Cr; YsGG laser, it is seen that the adhesive and resin cement cannot flow into the crater-like areas formed on the PEEK surfaces. Uf group showed significantly higher connectivity values than the control group ($p<0.05$). Metal and ceramic primer application did not increase the bond value after mechanical surface treatments. As a result, fiber laser applications can be an alternative to sandblasting to increase the bond between PEEK and resin cement. Sufficient mechanical locking could not be achieved due to the inability of the adhesive and resin cement to flow into the pits formed by the Er,Cr; YsGG laser etching.

Keywords: PEEK, resin cement, fiber laser, bond strength

1.GİRİŞ ve AMAÇ

Protetik diş hekimliğinin temel hedefi; diş ve diş eksikliklerinin tedavisinde hastanın estetik beklentilerini ve fonksiyonel gereksinimlerini karşılayarak en restoratif yöntemin ve malzemelerin kullanılmasıdır. Modern diş hekimliğinde kullanılan malzemeler farklılık göstermektedir. En uygun restorasyon materyali, doğal diş estetiğini taklit ederken, oklüzal yükleri karşılayabilecek; yüksek fleksiyon, kırılma, basma ve çekme dayanımına sahip olmalıdır. Restoratif materyalin biyouyumlu olması beklenirken uygun renk stabilitesine sahip olmalı, karşıt dişleri aşındırmamalı, ağız sıvılarında çözünmemeli, marjinal adaptasyon sağlamalı, ağızda tamiri ve bakımı kolay olmalıdır (1).

Sabit protezlerde; son yıllarda yüksek estetik beklentiler nedeniyle metal içeren restorasyonlar yerine monolitik zirkonya, zirkonya ve tam seramik restorasyonlar tercih edilmektedir (2). Fakat araştırmacılar, bu materyallerin teknik hassasiyet ve yüksek maliyet gerektirmesi nedeniyle alternatif olarak tıp alanı başta olmak üzere birçok sektörde kullanılan PEEK materyalinin diş hekimliği alanında da kullanılmasını önermişlerdir (2).

PEEK, biyouyumluluğu, boyutsal stabilitesi, düşük elastik modülü, çok iyi biyolojik ve fiziksel özellikleri sayesinde çeşitli alanlarda kullanım için optimum özelliklere sahip bir malzemedir (3). PEEK'in dental uygulamalar için önemli avantajları olmasına rağmen, en büyük klinik dezavantajı dental materyalle bağlantı oluşturmadaki zorluklardır (4–6). PEEK'in düşük yüzey enerjisi ve inert bir hidrofobik yüzeyi vardır, bu da PEEK ile rezin siman arasında zayıf bağlanma özelliklerine neden olur (7). Sabit bölümlü protezlerin klinik performansı esas olarak adezyon prosedürüne bağlı olduğundan, mevcut çalışmalar güçlü bağlantı sağlamak için rezinlerle reaksiyona giren PEEK yüzeyini güçlendirmeye odaklanmaktadır (5, 6, 8). Genel olarak rezin siman ve PEEK arasında güçlü bir bağlanma performansı elde etmek için iki yöntem son çalışmaların odak noktası olmuştur. Bu yöntemler kimyasal etkileşimleri sağlamak için PEEK yüzeyinin mekanik modifikasyonu ve PEEK yüzeyine adeziv sistemin uygulanmasıdır (6). Bu bilgiler ışığında çalışmamızın amacı; klinikte daha dayanıklı, uzun süre kullanılabilen ve başarı oranı yüksek restorasyonlar hazırlayabilmek için rezin siman ile bağlantı açısından PEEK'in en uygun yüzey işlemini belirlemektir. PEEK yüzey pürüzlendirme işlemlerinden yeni kullanım alanı bulmuş ultrahızlı fiber lazer uygulama işleminin, kumlama ve Er, Cr: YsGG lazer uygulamaları ile karşılaştırılması temel hedefimizdir. Yine yeni bir kullanım alanı olabilecek metal primer ve seramik primerin, PEEK ile rezin siman arasındaki bağlantıya etkisini tespit

etmek de çalışmamızın bir diğer hedefidir. Sonuç olarak; güncel materyal olan PEEK'e uygulanan farklı yüzey işlemlerinin PEEK'in rezin simanla olan bağlantı dayanımını değerlendirmek çalışmamızın amacı olmuştur.

Bu çalışmanın yokluk hipotezi (H_0): (1) Farklı yüzey işlemlerinin PEEK'in yüzey pürüzlülüğüne etki etmeyeceği; (2) Farklı yüzey işlemlerinin PEEK ile rezin siman materyali arasındaki bağlantıya etki etmeyeceği; (3) Metal primer uygulamasının PEEK ile rezin siman materyali arasındaki bağlantıya etki etmeyeceği; (4) Seramik primer uygulamasının PEEK ile rezin siman materyali arasındaki bağlantıya etki etmeyeceğidir.

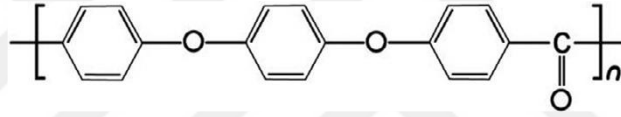


2. GENEL BİLGİLER

2.1. Polimer Yapısı ve Polieteterketon (PEEK)

Polieteterketon (PEEK), polimerler olarak bilinen bir malzeme sınıfı veya daha basit bir şekilde plastik olarak ifade edilir (9).

Polimer tanımının kökenleri Yunancada, "birçok parçaya sahip" anlamına gelmektedir. Bir polimerin tekrar eden birimleri veya monomer segmentlerinin tümü aynı olabilir. Böyle bir durumda homopolimer yapı oluşur. Bir metal veya seramiğe kıyasla bir polimerin ayırt edici özelliği moleküler boyutudur. PEEK ortalama moleküler ağırlığı 80.000- 120.000 g / mol olan yüzlerce monomer biriminden oluşan doğrusal zincirdir. Genellikle bu zincirin uzunluğu ve bileşimi, polimerler için birçok benzersiz nitelik göstermesini sağlar (9).



Resim 1. Polieteterketonun kimyasal yapısı

Polimerler, moleküler bağlara ve ısı artış tepkilerine göre termoplastikler ve termosetler olmak üzere iki gruba ayrılır. Termoset polimerdeki zincirler arası bağlar, çapraz bağlıdır ve ısı ile yumuşatılamaz. Bu sebeple, termosetler tipik olarak serttir ve geri dönüştürülemez. Öte yandan termoplastikler, zayıf moleküler zincirler içerir. Malzeme ısıtıldığında tekrar tekrar yumuşamasına ve soğutulduğunda katılaşmasına imkân verir. Termoplastik polimerler de amorf ve yarı kristal olmak üzere ikiye ayrılabilir. Amorf termoplastikler, rastgele yönlendirilmiş uzun polimer zincirleri içerirler. Ayrıca yüksek erime viskoziteleri sergiler. Kimyasal direnci ve yorgunluk direnci düşüktür. Yarı kristal termoplastikler de hem amorf bölgeler hem de düzenli moleküler yapılar içerirler. Amorf termoplastiklere kıyasla genellikle kimyasallara, aşınmaya ve yorulmaya karşı daha dirençlidirler. PEEK ise yarı kristalin yapıda termoplastik bir polimerdir (10). PEEK'in kimyasal ismi ise [-oksi -1,4-fenilen-oksi1,4-fenilen-karbonil-1,4-fenilen-] 'dir (9).

2.1.1. PEEK' in Genel Özellikleri

2.1.1.1. PEEK' in Kimyasal Özellikleri

PEEK, oldukça inert bir polimerdir ve kimyasal direnci yüksektir (11). Polimerizasyon sonrası PEEK, %95-98 yoğunlaştırılmış sülfürik asit (H_2SO_4) ve metil sülfonik asit (CH_3SO_3H) hariç diğer tüm çözücülere karşı oda sıcaklığında kimyasal olarak iyi direnç gösterir (12, 13).

PEEK polimerinin uzun sürede su varlığında kimyasal yönden hasar görmediği, fakat su emiliminin polimerin kristallik oranını düşürdüğü çalışmalarda belirtilmiştir (14). PEEK % 0,5 suda çözünürlüğe sahiptir (14, 15). Ayrıca suda uzun süre kalan PEEK'in $260^\circ C$ 'ye kadar olan sıcaklıklarda kimyasal hasar görmediği çalışmalarda rapor edilmiştir (14–16).

2.1.1.2. PEEK' in Mekanik Özellikleri

PEEK'in biyomateryal olarak seramik ve metallere göre temel avantajlarından biri, insan kemiğine ve dentine yakın olan düşük elastik modülüdür (3-4 GPa) (17). Titanyum, kemikten daha yüksek elastik modüle sahip olduğundan dokularda ciddi stres oluşturur, aşırı stres sonucunda kemikte atrofi görülür (38). Doldurucusuz PEEK'in elastik modülüsü yaklaşık 4 GPa olduğundan metal seramik restorasyonlara göre üstünlüğü bulunmaktadır. Kırılma direnci yüksek olmasına rağmen doldurucusuz PEEK mekanik olarak oldukça zayıftır. PEEK'e yapısal katkı maddeleri eklenerek elastik modülü ayarlanabilir. Böylece dental materyal olarak kullanılan PEEK, spongioz ve kortikal kemiklerin elastik modülüne uygun hale getirilir. PEEK; cam fiber, karbon fiber, titanyum dioksit (TiO_2) veya baryum fosfat ($BaPO_4$) gibi katkı maddelerinin eklenmesiyle kolaylıkla modifiye edilebilir. Karbon fiberle güçlendirilmiş (CFR-PEEK) ve cam fiberle güçlendirilmiş PEEK (GFR-PEEK) kompozitleri geliştirilerek elastik modül CFR-PEEK için 18 GPa, GFR-PEEK için 12 GPa'ya kadar çıkartılmıştır (18, 19). $250^\circ C$ sıcaklıkta PEEK'in mekanik özelliklerinde azalma olduğu çalışmalarda bildirilmiştir (8). Fakat biyomateryal olarak kullanılacağı zaman yaklaşık $37^\circ C$ sıcaklığa maruz kalacağından mekanik özellikleri ağız içerisinde değişmeden kalır (8). Farklı materyallerin elastik modül değerleri Tablo 1'de gösterilmiştir.

Tablo 1. Farklı materyallerin elastik modül değerleri

Materyal	Elastik Modül (GPa)	Kaynak
Titanyum	102-110	Lee (18)
Zirkonya	210	Lee (18)
PEEK	3-4	Sandler (20)
CFR-PEEK	18	Sandler (20)
GFR-PEEK	12	Lee (18)
Kortikal kemik	14	Rho (21)
Kansellöz Kemik	1,34	Rho (21)
Porselen	68,9	Lewinstein (22)
PMMA	3-5	Zafar (23)
Dentin	15	Rees (24)
Mine	40-83	Rees (24)

GPa:Gigapaskal

2.1.1.3. PEEK' in Fiziksel Özellikleri

PEEK'in solgun amber renkte olduğu bilinmektedir. Üretilen yapıların film inceliği transparan rengini sağlarken, kalınlığın artmasıyla matlık da artmakta ve amber rengi ön plana çıkmaktadır (25). PEEK'in termoplastik formunun maksimum işlem sıcaklığı yaklaşık 250°C civarında olmakla beraber erime sıcaklığı 350-390°C arasında değişir. Diğer polimerlere kıyasla kütle kaybına sebep olacak termal bozulma derecesi nispeten yüksektir. Örnek olarak polipropilen ve polietilen gibi polimerlerde kütle kaybına yol açan termal bozulma dereceleri sırasıyla 328 °C ve 335 °C aralığında iken, PEEK için bu değer 575 °C ile 580 °C aralığındadır (26). Ayrıca rezin bazlı malzemeler için kullanılan standart dental frezler veya özel laboratuvar frezleri, PEEK için de kullanılabilir (27–29).

2.1.1.4 PEEK' in Termal Özellikleri

Polimerlerin önemli bir ayırt edici özelliği, özelliklerinin sıcaklığa bağlı olmasıdır. Genel olarak, birçok polimer ısıtıldıktan sonra üç ana termal geçişe maruz kalır: cam geçiş sıcaklığı (T_g), erime sıcaklığı (T_m) ve akış sıcaklığı (T_f). PEEK bileşenleri aynı zamanda orijinal olarak nasıl üretildiğine bağlı olarak dördüncü bir geçiş, yeniden kristalleşme geçişi (T_c) sergiler (9). Cam geçiş sıcaklığı 145°C, erime sıcaklığı 334°C'dir. Kristalleşme geçişi 343°C civarında olan PEEK oda ve vücut sıcaklığında "camsı" durumdadır. PEEK'in termal bozulma sıcaklığı 575-580°C gösterilse de 600°C'de kaybedilen kütle miktarı %45 olarak gözlemlenmiştir (30).

2.1.1.5. PEEK' in Sterilizasyona ve Işınlara Karşı Dayanıklılığı

PEEK özgün aromatik kimyasal yapısı ve diğer polimerlerden iki kat daha düşük radikal grup oluşumu sebebi ile elektron ve gama ışını radyasyonuna yüksek direnç gösterir (31).

PEEK doğal olarak radyolüsenstir. X-ray, manyetik rezonans görüntüleme (MRI) ve bilgisayarlı tomografi (BT) gibi görüntüleme teknikleriyle uyumludur. Bu nedenle PEEK travma, spinal ve ortopedik implantlarda geleneksel metalik malzemelerin (paslanmaz çelik ve titanyum gibi) yerine kullanılabilir (8, 32).

2.1.1.6. PEEK' in Aşınmaya Karşı Dayanıklılığı

PEEK polimeri iyi aşınma dayanımına ve düşük sürtünme katsayısına sahiptir (33). Wang ve ark. (34)'nın yaptığı çalışmada mikro dolgu maddeleri takviye edilmiş PEEK doldurucusuz olandan daha düşük aşınma göstermiştir. Takviye olarak ZrO₂ nano parçacıklarının aşınmayı azaltmada etkili olduğu rapor edilmiştir (34). Ayrıca PEEK'in seramikler, metal alaşımlar, mine veya dentin gibi diğer malzemelerle aşınmasıyla ilgili klinik veriler yoktur (34).

2.1.1.7. PEEK' in Biyouyumluluğu

Biyomalzemelerde aranan en önemli özellik biyouyumluluktur. PEEK polimeri doğru üretildiğinde ve işlendiğinde vücut tarafından kolayca kabul edilir ve parçalanma göstermez (35). Yapılan gen toksisite ve duyarlılık testleri ISO 10993-10-1995'e göre, PEEK materyaliyle ilişkin herhangi kromozom değişikliği ve duyarlılık olmadığını bildirmiştir (36). PEEK özelliklerini kaybetmeden uzun süre insan vücudunda fiziksel dayanıklılık göstermiştir (36). Ayrıca çalışmalarda PEEK'in in vitro ve in vivo olarak iyi biyouyumluluk sergilediği, klinik olarak anlamlı enflamasyona veya toksik mutajenik etkilere neden olmadığı bildirilmiştir (37).

2.1.2. PEEK'in Medikal Kullanım Alanı

Mühendislik alanında sıkça kullanılan popüler bir plastik olan PEEK'in biyomekanik özelliklerinin uygun olması, biyouyumluluğu ve uzun ömürlü oluşu, spinal cerrahi uygulamalarında implant materyali olarak kullanımını uygun kılmıştır. 1990'lı yıllardan bu yana yapılan çalışmalar intervertebral PEEK implantların mekanik avantajlarını ve uzun

ömürlü olduğunu kanıtlamıştır (38). PEEK'e ilişkin aşırı duyarlılık vakası bildirilmemiştir (39). PEEK'in kullanıldığı bir diğer medikal alan kraniofasial deformasyonlardır (40). Ayrıca karbon fiberle güçlendirilmiş PEEK materyalinin femur ve tibia fiksasyonu için uygun bir materyal olduğu bildirilmiştir (41).

2.1.3. PEEK'in Diş Hekimliğinde Kullanım Alanı

PEEK diş hekimliğinde; sabit protezlerde alt yapı, implant, abutment, implant destekli protezlerde bar, hareketli parsiyel protezlerde hassas tutucu, kroşe, kaide materyali, ana bağlayıcı gibi parçaların yapımında kullanılmaktadır (42, 43). Ayrıca oklüzal splint yapımında alternatif bir seçenek olarak kullanılabilceği bildirilmiştir (44). Obturatör yapımında da PEEK'in tercih edilebileceği bildirilmiştir (45). Fakat PEEK ile yapılan obturatörlerin etkinliğini değerlendirmek için yapılmış yeterli çalışma mevcut değildir (46).

2.1.3.1. PEEK'in İmplant Materyali Olarak Kullanımı

Wolff yasasına göre kemik, üzerine uygulanan yüke göre yeniden şekillenebilir. İmplant çevresinde, kemikteki streslerin azaltılması rezorpsiyonu önler (39). Klinikte kullanılan implantlar; metal, seramik, polimerler ve kompozitler gibi biyomateryallerden üretilmektedir. Metal alaşımlarının elastik modülü insan kemik dokusundan çok daha yüksektir. Metal alaşımların ve kemiğin elastik modülleri arasındaki bu büyük fark, stresin periimplant dokularda birikmesiyle komşu kemik dokular tarafından absorbe edilmesine ve sonuç olarak kemik rezorpsiyonuna neden olabilmektedir (47). Metal alaşımlı implantların radyopak olması, X-ışınlı bilgisayarlı tomografinin (BT) ve manyetik rezonans görüntülemenin (MRI) incelenmesini sınırlandırmaktadır (8). Titanyum implantlar gri renklerinden dolayı estetik problemlere sebep olabilmektedir. Bu durum mukozanın ince biyotipli olduğu vakalarda periimplant yumuşak dokuların koyu renkli görünümüne sebep olabilir. Gülme hattının yüksek olduğu hastalarda bu durum sorunlara neden olabilmektedir (48).

PEEK implantların diş hekimliğinde kullanımıyla ilgili uzun dönem sonuçları ve komplikasyonları hakkında yeterli bilgi bulunmamaktadır (49). PEEK'in biyolojik ve mekanik özelliklerini geliştirmek için bir takım modifikasyonlar yapılmakta fakat PEEK'ten üretilen dental implantlar klinikte yaygın olarak kullanılmamaktadır. Uzun süreli etkinliklerini karşılayabilecek yeterli veri yoktur (39).

PEEK'in düşük osteokondüktif ve hidrofobik özelliklerinden dolayı osteoblast farklılaşmasını titanyuma göre daha az teşvik ettiği çalışmalarda gösterilmiştir (50). Fakat oldukça az sayıda çalışma PEEK'in osseointegrasyon açısından titanyum ve zirkonya gibi implant materyalleri ile arasında anlamlı bir fark olmadığını göstermiştir (48, 51).

2.1.3.2. PEEK'in Protetik Kullanımı

PEEK'in protetik uygulamalarda tercih sebeplerinin bazıları (39);

- Daha hafif bir restorasyon
- Kemige daha yakın elastikiyet
- Şok absorbe etme özelliği
- Metalsiz restorasyon
- Korozyon gözlenmemesi
- Daha düşük yorgunluk
- Yüksek biyouyumluluk
- Düşük plak afinitesi

PEEK İmplant Abutment'ları

Val ve ark. (52) çalışmalarında titanyum ile güçlendirilmiş PEEK abutmentlerin, yüksek biyouyumluluğu göz önüne alındığında konvansiyonel abutmentlere etkin bir alternatif olabileceklerini ve kemik seviyesi ile yumuşak dokunun stabil kalmasını sağlayacaklarını belirtmişlerdir. Titanyum takviyesi, PEEK abutmentlerin direncini artırırken, implant-abutment uyumluluğunu da arttırmaktadır (52). PEEK abutmentler üzerinde yapılan mekanik testler titanyum abutmentlere benzer sonuçlar vermiştir (52). Ayrıca histolojik analiz açısından bakıldığında, PEEK abutmentlerin kullanılmasıyla yumuşak doku ile daha uyumlu bir bağlantı sağlanabilmektedir (52).

PEEK abutmentin kullanıldığı durumda, benzer elastik özelliklere sahip olması için geleneksel abutment vidalarının PEEK'ten üretilen vidalarla değiştirilmesinin avantajlı olacağı bildirilmiştir (53). PEEK vidalar, titanyum vidalarda görülen ve vida kırığına neden olan korozyona uğramamaktadırlar (54). Sertlik derecesi düşük olan PEEK'in titanyum alaşımlarına kıyasla geleneksel bir implantın iç yivlerinden kaynaklanan materyal aşınmasına maruz kalma riskinin daha az olduğu belirtilmiştir (55). Abutment vidasının kırılması durumunda, implantın içinde kalan parçanın çıkarılması da daha kolay olacaktır

(56). Neumann ve ark. (56) yaptıkları çalışmada PEEK abutment vidalarının kırılmaya karşı direnci titanyum abutment vidalarına kıyasla daha yüksek olduğunu tespit etmişlerdir.

PEEK biyouyumlu bir materyal olduğundan iyileşme başlıkları da üretilebilmektedir. Koutouzis ve ark. (57)'nin gerçekleştirdiği çalışmada, titanyum ve PEEK abutmentlerin çevresinde yumuşak doku inflamasyonu ve kemik rezorpsiyonu arasında önemli bir fark olmadığı bildirilmiştir. Ayrıca başka bir çalışmada PEEK abutmentlerinin oral mikrobiyal flora afinitesinin titanyum ve zirkonya abutmentlerle benzer olduğu belirtilmiştir (58).

PEEK'in Hareketli Bölümlü Protezlerde Kullanımı

Krom kobalt metal alaşımından üretilen hareketli bölümlü protezler, parsiyel dişsiz hastaların rehabilitasyonu için öngörülebilen ve ucuz bir tedavi seçeneğidir. Metal kroşelerin estetik olmaması, artmış protez ağırlığı, metal alaşımlarına karşı alerjik reaksiyonlar ve metalik tat, klinik uygulamada asetale rezinler ve poliamid gibi termoplastik materyalin ortaya çıkmasını sağlamıştır. Poliamid materyaller düşük elastik modüllerine sahiptir ve dayanak dişlerdeki rotasyonel kuvvetleri azaltırlar. Ayrıca estetik özellikleri iyidir. Poliamid hareketli bölümlü protezlerin (Kennedy sınıf I ve II vakalar) en büyük dezavantajları, oklüzal gömülmeye yol açan oklüzal tırnak eksikliği, astarlama prosedürlerindeki yetersizlikler ve rijit olmamalarıdır (59). Asetale rezinler ise retantif kroşeler, konnektörler ve destekleyici unsurlarla poliamidlere kıyasla daha rijit bir alt yapı oluşturmakta, yeterli mekanik mukavemeti sunmaktadırlar. Ancak asetale rezinlerin doğal saydamlığı ve canlılığı bulunmamaktadır (60). Bu iki materyale alternatif olarak PEEK materyali de, hareketli bölümlü protezlerde alt yapı materyali olarak kullanılmaya başlanmıştır.

PEEK'in Sabit Bölümlü Protezlerde Kullanımı

PEEK, tek yönlü sıkıştırma ve gerilim kuvvetleri karşısında deformasyonlara karşı koyabilmektedir. Plastik deformasyonu yaklaşık 1200 N'den başlar ve 1383 N'a kadar olan sıkıştırma kuvvetlerine dayanabilmektedir. Sproesser ve ark. (61)'na göre, molar bölgede 909 N'luk maksimum ısırma kuvveti görüldüğünden, PEEK materyali krun ve köprü restorasyonları için uygun bir alt yapı materyali olarak görülmektedir.

Stawarczyk ve ark. (62) yapmış oldukları çalışmada, 7,4 mm² 'lik konnektör çapına sahip, veneerlenmemiş 3 üyeli PEEK köprülerde yüksek kuvvetlerde deformasyon (1200 N) ve konnektörde kırılma (1385 N) gözlemlenmiştir. Bu nedenle PEEK materyali, sabit protezler için bir altyapı materyali olarak önerilmektedir.

2.1.4. PEEK Alt Yapının Üretim Yöntemleri

PEEK polimerinden protetik alt yapı üretimi için laboratuvarlarda iki farklı yöntem kullanılmaktadır. Bunlar; enjeksiyon kalıplama ve CAD/CAM yöntemleridir (63).

2.1.4.1. Enjeksiyon Kalıplama Yöntemi

Endüstriyel enjeksiyon kalıplama makineleri, polimerleri dental laboratuvarlarda bulunan tipik tezgâh üstü pres makinelerine kıyasla iki kat daha yüksek hız ve basınç altında işlemektedirler. Ancak PEEK yeniden eritilirken, alt yapı soğutulmazsa ve doğru şekilde yeniden kristalize edilmezse, öngörülemeyen fiziksel ve mekanik problemler ortaya çıkabilir. PEEK polimerinin yeniden eritilmesinde doğru ekipman kullanılmalı ve işlem çok sıkı bir şekilde kontrol edilmelidir. Polimer bozunması, doldurucu takviyesiyle daha da belirgin hale gelebilmektedir. Bu nedenle materyalin eritilerek işlenmesi, üretici firmanın önerdiği ekipman kullanılarak yalnızca yetkili laboratuvarlarda gerçekleştirilmelidir (63).

2.1.4.2. CAD/CAM Yöntemi

CAD/CAM yöntemi ile materyalin özellikleri stabil kalmaktadır. Dijital iş akışının hassasiyetinden ve tekrarlanabilirliğinden yararlanılarak daha hassas alt yapı üretimi yapılabilmektedir. PEEK polimeri; CAD/CAM üretimi açısından metal alt yapılara kıyasla daha az frez aşınması ve daha hızlı üretim gibi avantajlara sahiptir. Ayrıca bu materyalleri üretmek için gerekli ekipman, metal alt yapıların frezelenmesi için gerekli olan ekipman kadar pahalı değildir (63). Mekanik özellikler ve renk kararlılığı açısından CAD/CAM ile üretilmiş polimer yapıları sabit protezlerin performansı cam seramikler ile karşılaştırılmış ve polimerlerin cam seramikler ile benzer veya daha iyi sonuçlar gösterdiği bildirilmiştir (64).

2.1.5. PEEK Kompozit Çeşitleri

PEEK kompozitleri içeriğindeki bioaktif materyalin büyüklüğüne göre iki gruba ayrılır (65):

1.grup: Geleneksel Nano Doldurucusuz PEEK Kompozit Çeşitleri

- Karbon fiberle güçlendirilmiş PEEK (CFR-PEEK)
- Cam fiberle güçlendirilmiş PEEK (GFR-PEEK)
- Hidroksiapatit ilaveli PEEK(HA/PEEK)
- Stronsiyum ilaveli hidroksiapaptit ilaveli PEEK(Sr-HA/PEEK)

2.grup: Nano Doldurucu içeren PEEK Kompozit Çeşitleri

- % 20 Nano seramik doldurucu, % 80 PEEK içerikli
- % 20 Titanyum dioksit doldurucu ile % 80 PEEK içerikli
- Nano-Floroapatit doldurucu ile PEEK
- Nano-Hidroksiapatit doldurucu ile PEEK

PEEK'e ilave edilen karbon fiber yüzdesinin artması ile çekme mukavemeti ve elastik modülü artar, daha rijit bir materyal haline gelir (66). Karbon fiber ile güçlendirme ayrıca PEEK kompozitlerin basınç dayanımını, sertliğini, sürtünme direncini arttırırken temas alanındaki sürtünme ısısını azaltır (67). CFR-PEEK, kalça eklemlerinde femoral protez ve kırık fiksasyonu olarak tercih edilmiştir (68).

Cam fiberle güçlendirilmiş PEEK (GFR-PEEK), cam elyafı ve birkaç mikron ile onlarca mikron arasında değişen çaplara sahip PEEK'ten oluşur. Kemiğe benzer elastik modülü vardır. Osteokalsin üretimi için gerekli ortam, bu kompozitin uygulanması ile sağlanabilir. Kemik oluşumu sürecinde GFR-PEEK çevresindeki kemik ile iyi bağlantı oluşturabilir, böylece oral implantların başarı oranını artırabilir (80).

PEEK'in osteoindüksiyon potansiyelini arttırmak amacıyla HA veya beta-trikalsiyum fosfat (β -TCP) takviyeli PEEK kompozitler üretilmiştir (69, 70). Cam fiber ve karbon fiber materyalleriyle karşılaştırıldığında HA ve β -TCP ilave edilen PEEK kompozitlerinde mekanik özelliklerinin azaldığı bildirilmiştir (70).

Stronsiyumun, HA ile birlikte yeni kemik oluşumunu sağladığı ve osteoporozda kırık riskini azalttığı gösterilmiştir (70). Sr-HA PEEK'e takviye edilerek iyi bir biyoaktivite sağlanabilir, yüksek mukavemete ve elastik modülüne sahip olunabilir (70).

% 20 seramik takviyeli PEEK mükemmel biyouyumluluğa ve olumlu mekanik özelliklere sahiptir. Beyaz renkli bir materyaldir (71). Bu kompozitin diğer avantajları kemiğe benzer esnekliği, hafif olması, düşük alerjenik potansiyeli, renk stabilitesi, korozyona uğramaması ve düşük plak birikimidir. Seramik ilaveli PEEK'in diğer avantajı ise yüksek parlatma özelliğinin olmasıdır (72).

PEEK'e TiO_2 takviyesinin yapıldığı kompozitlerde biyoaktivitenin arttığı tespit edilmiştir. Yapılan çalışmalarda TiO_2 ilavesinin PEEK implantlar üzerinde osteoblast birikmesini sağladığı görülmüştür (73).

2.1.6. PEEK Materyaline Uygulanan Yüzey İşlemleri

PEEK'in yekpare bir restorasyon olarak klinik kullanımı, kar beyazı veya bej renginden, düşük translüsens özelliğinden dolayı sınırlıdır (5, 28). PEEK'in genel yapısındaki opaklığı daha kabul edilebilir estetik sonuca ulaştırabilmek için PEEK'e pigment eklemesi yapılmaktadır. Fakat daha iyi estetik bir sonuç elde etmek için PEEK alt yapıların üzeri kompozit materyallerle kaplanmalıdır (74). PEEK kimyasal olarak aktif değildir ve düşük yüzey enerjisi sergiler. Ayrıca PEEK, yüzey modifikasyonlarına karşı dirençli olduğundan rezin kompozitler ile arasında yeterli bağ kuvveti oluşturulamamaktadır. PEEK'in klinik kullanımında bu durum problem olarak kalmaya devam etmektedir (6).

İşlem görmemiş yüzey enerjisi 34-38 Dynes/cm² olan PEEK'in, yüzey işlemleri sonrası bu değeri 60 Dynes/cm²'ye kadar arttırılabilir (16). Çalışmalarda rezin kompozitler ile işlenmemiş PEEK yüzeyleri arasında bir bağ olmadığı bildirilmiştir (29). PEEK malzemeleri ile güçlü yapışma sağlamak için öncelikle, yüzey işlemleriyle yüzey pürüzlülüğünü arttırmak ve rezin malzemesinin oluşan mikroretantif alanlara akmasını sağlayarak bağlantıyı arttırmak gereklidir. Artan yüzey pürüzlülüğü; yüzey enerjisini arttırarak hidrofilitayı ve yüzey alanını arttırır, mikromekanik tutuculuk sağlar (9, 75). PEEK yüzeylerinin düşük yüzey enerjisinin arttırılması ve dolayısıyla adeziv özelliklerinin geliştirilmesi amacıyla birtakım çalışmalar rapor edilmiştir. Bu işlemlerin en basit olanı kumlama (4, 5, 27–29, 76). Diğer yöntemler ise; Rocatec prosedürü, yoğunlaştırılmış sülfürik asitle aşındırma, plazma ile pürüzlendirme, lazer ile pürüzlendirme, piranha çözeltisi (hidrojen peroksit ve sülfürik asit karışımı) veya hidroflorik asitle pürüzlendirme olarak birçok çalışmada rapor edilmiştir.

2.1.6.1 Mekanik Bağlantı Oluşturan İşlemler

Alüminyum Oksit Partikülleri ile Kumlama

PEEK yüzeylerinin hidrofilitasını ve düşük yüzey enerjisini arttırmak, alt yapı ile kompozit rezinler arasında mikro mekanik bir bağlantı kurabilmek amacıyla alüminyum oksit (Al₂O₃) partikülleri ile kumlama tekniği yaygın olarak kullanılmaktadır (62). Asit uygulanan PEEK yüzeylerinin bağlanma dayanımı sonuçları daha yüksektir fakat asit tehlikeli olduğu için klinikte ve laboratuvarında Al₂O₃ partikülleriyle kumlama tekniği daha çok kullanılır (62). Kumlama; 50 µm'den 250 µm'ye kadar farklı boyutlardaki alüminyum oksit partiküllerinin, belirli bir mesafeden ve basınç altında PEEK yüzeyine püskürtülmesi

sonucu yüzeyde pürüzlülük ve buna bağlı retansiyon alanları oluşturulması mantığına dayanmaktadır. Yapılan çalışmalarda genellikle 110 µm veya 50 µm büyüklüğünde Al₂O₃ partikülleri 2,5 MPa veya 4 MPa bar basınç altında yaklaşık 10 mm mesafeden 10 sn sürede uygulanmıştır (62, 77, 78). Al₂O₃ partikülleri ile kumlama işleminin PEEK yüzey pürüzlülüğünü artırdığı ve aşındırılmış PEEK yüzeylerinin rezin kompozitlerle daha güçlü bir mikromekanik bağlantı sağladığı tespit edilmiştir (4, 77).

Asit ile Pürüzlendirme

PEEK polimerinin çözünebileceği kimyasal solüsyon sülfürik asittir (H₂SO₄) (79). PEEK yüzeylerini modifiye etmek ve PEEK'in bağlanmasını iyileştirmek için çoğu çalışma %98 sülfürik asidin kullanılmasını önermiştir (4, 61, 79). PEEK yüzeylerine adeziv uygulanmadan önce sülfürik asitle aşındırılması işlemi incelenmiş ve diğer yöntemlerle kıyaslandığında daha iyi bir adezyon sağlandığı çalışmalarda bildirilmiştir (5, 79). Kumlama ile PEEK yüzeyinin mikro pürüzlülüğü sağlanırken, asit uygulanması PEEK'in yüzeyinde artmış fonksiyonel karbon-oksijen gruplarının açığa çıkmasıyla sonuçlanır (5, 78). Sülfürik asidin başka çalışmalarda PEEK'in polimer zincirinde sülfonat (-SO₃) grupları oluşturduğu (80, 81) ve bu sülfonat gruplarının metil metakrilat (MMA) içerikli adeziv ajanlar ile kimyasal çapraz bağlar yaptığı bildirilmiştir (29, 82, 83).

PEEK yüzeyinin modifikasyonunda piranha çözeltisi yaygın olarak kullanılmaktadır (4, 78). Piranha çözeltisi bir sülfürik asit (H₂SO₄) ve hidrojen peroksit (H₂O₂) birleşimidir ve kimyasal olarak peroksimonosülfürik asit olarak adlandırılır (84). Sülfürik asit benzen halkaları arasındaki karbonil ve fonksiyonel eter gruplarına saldırırken, piranha asit içindeki atomik oksijen, PEEK'in benzen halkası ile reaksiyona girer (78). Böylece aromatik halkanın kırılmasıyla güçlü fonksiyonel grupların sayısı ve yüzey polaritesi artmış olur (85). Yapılan çalışmalarda piranha çözeltisi kullanımı sülfürik asitle benzer yüzey pürüzlülük değerleri gösterse de (5), bazı çalışmalarda yüzey pürüzlülük değerlerinde düşük sonuçlar rapor edilmiştir (4, 86).

Plazma ile Pürüzlendirme

Plazma, elektronların atomlarından ayrıldığı ve gazların iyonize olduğu maddenin dördüncü halidir. Plazma işlemi genellikle H₂, Ar, N₂ ve O₂ gibi gazların mikrodalga, radyo frekansı, sıcak filaman deşarjından gelen elektronlarla uyarılmasıyla yapılmaktadır (87). Bu işlemle yapılan yüzey değişikliği polimerik malzemeleri işlemek için yaygın olarak

kullanılmaktadır (12). Plazma ile üretilen yüklü parçacıklar, yüzey aktivasyonu ve yüzeydeki organik kalıntıların giderilmesi gibi etkileri sağlar (12).

Plazma ile pürüzlendirme düşük penetrasyon seviyesinde (2-3 mm), polimerin kimyasal ve fiziksel özelliklerini korur (88). Polimer yüzeylerin adeziv özelliklerini artırmak için plazma ile birçok çalışma yapılmıştır (89–91).

Lazer ile Pürüzlendirme

Türkçe’de lazer olarak bilinen “LASER” sözcüğü “Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation” kelimelerinin baş harflerinden oluşturulan bir kelimedir (92). Türkçe karşılığı “uyarılmış radyasyon yayılımı ile ışığın güçlenmesi” anlamına gelmektedir.

Lazer Işığının Özellikleri

Lazer ışığı elde edilme şeklinden kaynaklanan bazı özellikleriyle normal ışıktan ayrılır. Kendine has birçok özelliği olsa da en önemli üç özelliği şunlardır:

Monokromatik olması: Normal ışıktaki farklı dalga boylarına sahip ışınlar bir arada bulunurken, lazer ışınları tek dalga boyu içerdikleri için tek renge sahiptir (93).

Paralellik ve dağılım: Diğer ışık türlerinin aksine yüksek derecede paralellik gösteren lazer ışınlarının çapı küçük ve verimi yüksektir.

Koherens (uyumluluk): Lazer ışınlarının senkronize hareket ederek uyum göstermesi, aynı fazda olmasıdır. Yani yayılan lazer ışığı dalga şeklini, yüksekliğini ve derinliğini daima korur (94).

Lazer ışınları bütün bu özelliklerinin yanı sıra büyük bir elektromanyetik enerji taşırlar ve küçük yüzeylere yoğun enerji aktarımı yapabilirler. Bu enerjinin yoğunluğu ve yönü ise kontrol edilebilir (95).

Lazerin Dokular Üzerindeki Etkileri

Lazerin biyolojik dokular üzerinde geri dönüşümlü ve geri dönüşümsüz birçok etkisi bulunmaktadır. Bu etkiler lazer ışının ve hedef dokunun özelliklerine göre değişiklik göstermektedir (96).

Yansıma (Refleksiyon): Dokunun ayna etkisi göstermesi sonucu, lazer ışığının hedef dokuda hiçbir etki yaratmadan yüzeyden sekerek yön değiştirmesidir. Yansıyan ışığın dokuya ileteceği enerjisi azalır, istenilen biyolojik etki oluşturulamaz (94, 97, 98).

Geçiş (Transmisyon): Lazer ışığının dokuda hiçbir etki göstermeden daha derin dokulara geçmesini tanımlamaktadır. Geçiş tanımlaması yapılırken penetrasyon derinliğinin de bilinmesi gerekir. Penetrasyon derinliği, lazer ışığının belirli bir dalga boyunda dokuda ulaştığı en derin noktadan yüzeye olan mesafedir (94, 99).

Saçılma (Scatter): Lazer ışığının dokuya çarptıktan sonra doku içinde veya dışında kontrolsüz bir şekilde dağılmasıdır. Saçılma, enerjiyi azaltır ve biyolojik olarak etkisiz bir ışık oluşmasına yol açar (94, 96, 100).

Emilim (Absorpsiyon): Lazer ışığının hedef doku tarafından soğurulmasıdır. Lazerin etkinliği için ışın-doku etkileşimleri arasında olması gereken ve istenen etkidir. Doku tarafından emilen enerji miktarı dokunun pigmentasyonu, su içeriği gibi özelliklerine ve lazerin dalga boyuna, güç yoğunluğu, emisyon modu ve ısınma süresine bağlıdır (94, 96).

Lazer Aygıtının Komponentleri

Lazer cihazının lazer ışını üretebilmesi için üç ana birim gerekmektedir. Bunlar; lazer aygıtı, enerji kaynağı ve mekanik yapıdır. Lazer aygıtı tamamen yansıtan ayna, kısmi yansıtan ayna, güç kaynağı, optik kavite ve lensden oluşur. Oluşan ışına optik kablo ile yön verilir (101).

Lazer Aktif Maddesi (Aktif Ara Madde)

Lazer ışının ortaya çıkmasını sağlayan maddedir. Aktif ara madde aktive edilen dış kaynak tarafından oluşturulan enerjiyi soğurur daha sonra bu enerjiyi oluşturan moleküller, atomlar veya iyonlar düzeyinde değişiklik yaparak enerjiyi ışığın fotonları olarak dışarıya verir. Bu durum elektronlar daha yüksek enerji seviyelerine çıkıp daha sonra daha düşük enerji bantlarına inerken saldıkları fotonların yayılması ile oluşur. Aktif ara madde, lazer cihazının dalga boyunu ve şayet ışık görünür ışık ise rengini belirler. Yapılan araştırmalarda da lazerlerin tipi dalga boyuna göre değil ara maddenin ismine göre adlandırılmıştır (102).

Doz Tanımı ve Hesaplanması

Lazer uygulamasında çok geniş bir terapötik yelpaze olmasına karşın, önemli olan kabul edilebilir bir doz uygulamaktır. Dozu enerji yoğunluğu ile aynı anlamı taşımaktadır ve

kullanım parametreleri içinde en önemlisidir. Lazer cihazları kullanılırken çalışılacak dokuya uygun doz ayarlaması yapabilmek için birtakım parametreleri bilmek gerekir. Bu parametreler şu şekildedir (94, 97, 99):

- Belli bir zamanda uygulanan güce enerji denir. Enerji genellikle 'E' ile ifade ve birimi Joule (J)'dür. Güç, wattmetre ile ölçülmektedir. Birimi watt'tır (W). Enerji ve güç arasındaki ilişkiyi zaman (t) belirler ve saniye (sn) cinsinden ifade edilir. $J = W \times t$

- Enerji yoğunluğu (Fluence, Energy Density): Bir lazer atımında birim alandaki enerji miktarıdır. Lazer uygulamalarında enerji yoğunluğu J/cm^2 türünden belirtilmektedir.

- Dalga boyu (Wavelength): Dokuda hasar oluşturmadan lazer uygulaması yapabilmek için dokuya uygun olan dalga boyu seçilmelidir. Dokunun emilim, saçılma ve yansıma katsayısına göre uygun dalga boyunda lazer ışını uygulanmalıdır.

- Frekans (Pulse Repetition Rate): Birimi Hertz (Hz)'dir. Birim zamanda tekrar edilen olay sayısıdır. Lazer uygulamalarında frekans, dalgayı oluşturan titreşimin saniyede kaç defa olduğunu belirtir. Lazerin saniyedeki atım sayısına frekans denir.

- Lazer atım süresi (Pulse Duration, Pulse Width): Bir atımın emisyonu için geçen süre olarak ifade edilir. Genelde saniye ile ölçülür. Atım süresinin kısalığı ile lazerin gücü doğru orantılıdır ve atım süresinin kısa olmasından dolayı dokunun termal ısınması önlenmiş olur.

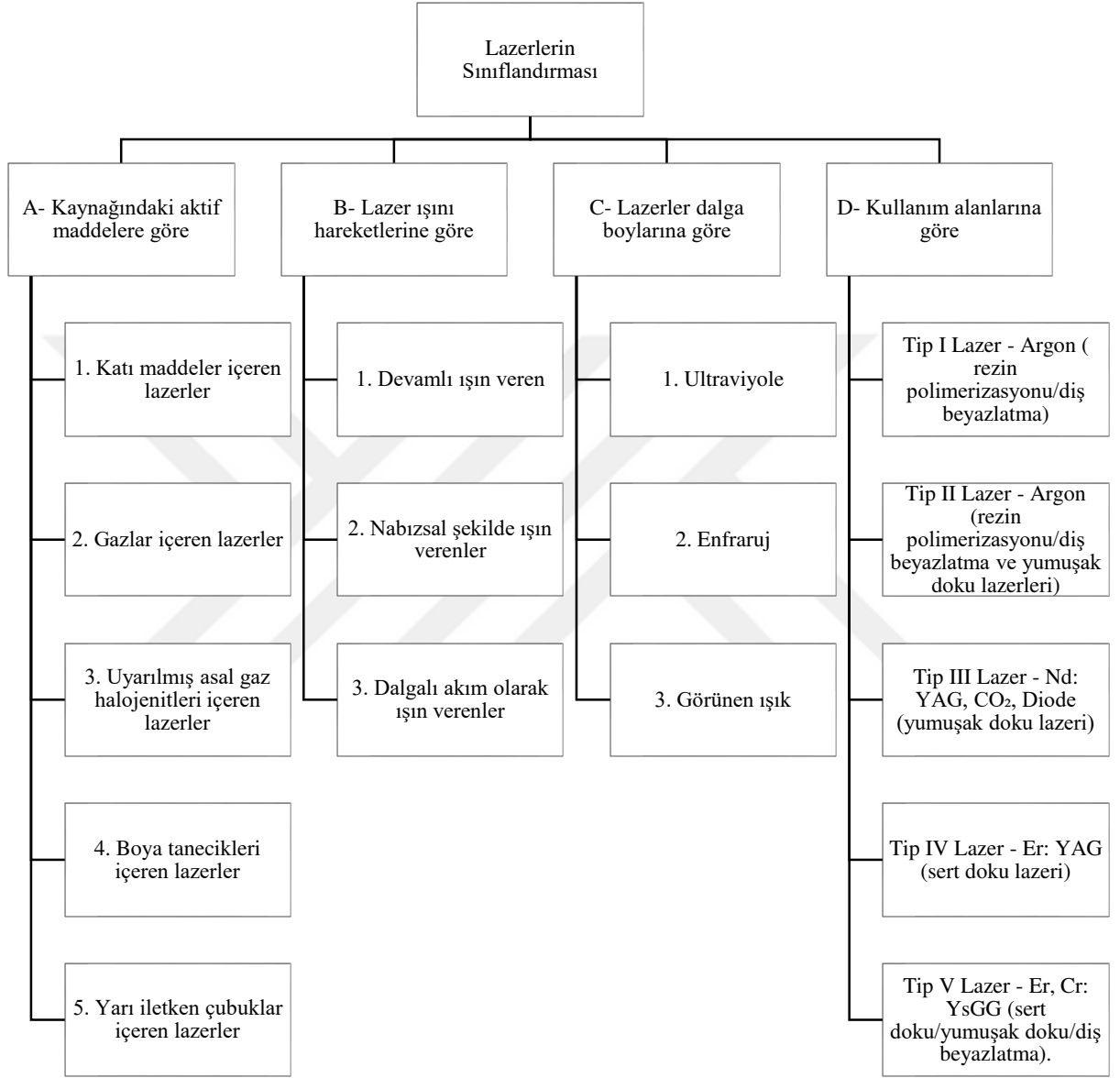
- Lazer ışığının çapı (Beam Diameter): İşlem yapılacak dokunun üzerindeki uygulama alanı ile ilgidir.

- Güç yoğunluğu (Power Density): Güç yoğunluğu, pulse enerjisi ve enerjinin çıktığı alan üzerinden tanımlanır. Birimi W/cm^2 'dir.

$A = \pi.r^2$ Doku üzerinde oluşan spot alanı ile güç arasında ters bir orantı vardır. Dokudaki alan küçüldükçe uygulanan lazerin gücü artar (r: Doku üzerinde lazer ışığının oluşturduğu daire şeklindeki alanın yarıçapıdır).

Lazerlerin Sınıflandırması

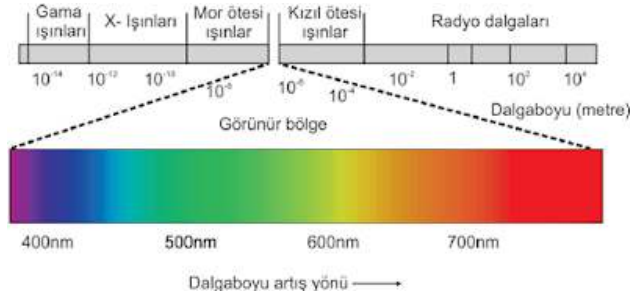
Lazerlerin sınıflandırılması (103, 104) aşağıdaki Şekil 1’de gösterilmiştir.



Şekil 1. Lazerlerin sınıflandırılması

PEEK'in Yüzey Pürüzlendirmesinde Kullanılan Bazı Lazer Uygulamaları ve Özellikleri

Diş hekimliğine, çok sayıda ve farklı lazer sistemleri kullanılmaktadır. Lazer ışığının dalgaboyuna bağlı olarak farklı uygulamalar geliştirilmiştir (Resim 2) (105).



Resim 2. Elektromanyetik spektrum

Dental uygulamalarda bu teknolojiye maksimum faydanın sağlanabilmesi için hangi tür lazerin hangi uygulama için en uygun olduğunun bilinmesi önem arz etmektedir (106). Lazer sistemleri, diş hekimliğinde kullanılan materyallerin yüzeyinin pürüzlendirilmesi amacıyla farklı çalışmalarda kullanılmıştır (107). Lazer ile makro ve mikro ölçekli yüzey pürüzlendirmesi Zr_2O_3 , Al_2O_3 veya polimerik malzemelerin bağ gücünü arttırmada etkili olduğu belirtilmiştir (107–109). Ayrıca lazer ile yüzey pürüzlendirme PEEK materyali içinde alternatif bir yöntem olarak gösterilmiştir. PEEK implantlara hücre adezyonunu sağlama amacıyla, implantların pürüzlülüğü ve ıslanabilirliğini artırmak için PEEK yüzeyinde lazer kullanılmıştır (110). Rezin kompozitler ve rezin simanlar ile PEEK arasındaki bağlantıyı güçlendirmek için çeşitli lazer sistemlerinin, PEEK yüzey pürüzlendirme işlemi için etkili olduğu bildirilmiştir (111–113).

Neodmiyum: Yitriyum-Alüminyum-Garnet (Nd:YAG) lazer

Aktif ortamı YAG (Yitriyum-Alüminyum-Garnet) ana kristali içine neodmiyum iyonlarının eklenmesiyle oluşturulmuştur. Diş hekimliğinde 1064 nm dalga boyundaki tipi kullanılmakta olup elektromanyetik spektrumda görünüre yakın kızıl ötesi bölümde yer alır (114). Nd:YAG lazer özellikle yumuşak dokuların kesilmesinde ve aynı zamanda cerrahi bölgede oluşan koagülasyon kanamayı başarılı olarak durdurması sebebiyle tercih edilmektedir. Melanin içeren dokular tarafından daha fazla, hemoglobin içeren dokulardan ise daha az absorbe edilir ve sudan % 90'a yakın bir miktarda geçebilir (115). Nd:YAG lazerler ağız ülserlerinin tedavisi, frenektomi, yumuşak doku cerrahisi, periodontal tedaviler,

çürük direncinin artırılması, aşırı dentin duyarlılığının giderilmesi, mine veya dentinin pürüzlendirilmesi, kavite ve kök kanal sterilizasyonu, pulpa kaplamasında ve işlemler sonrası oluşan ağrının azaltılmasında kullanılırlar (94, 116). Bazı çalışmalar Nd: YAG lazerlerin zirkonya seramik yüzeylerde etkili yüzey pürüzlülüğü oluşturduğunu belirtmiştir (117, 118). Ayrıca Nd-YAG lazerin PEEK'in yüzey modifikasyonunda etkili bir yöntem olduğuda bildirilmiştir (119).

Erbium: Yttriyum Alüminyum Garnet (Er: YAG) ve Erbium: Cromiyum Yttriyum Skandiyum Galyum Garnet (Er, Cr: YSGG) Lazer

Er, Cr: YSGG lazer 2790 nm dalga boyuna sahiptir. Katı ortamlıdır. Erbiyum ve kromiyum katılmış yttriyum-skandiyum-galyum-garnet kristali içerir. Er: YAG lazer ise 2940 nm dalga boyuna sahiptir ve katı aktif ortamlıdır. Erbium katılmış yttriyum-alüminyum-garnet kristalidir (120). İki lazer de fiber optik yolla serbest-running vurumlu modda çalışır. Fiberler hava soğutmalıdır. Farklı lazerlere kıyasla daha geniş çaplara sahiptir (120). Bu dalga boyları suda yüksek absorpsiyona sahiptir. İlave olarak her iki lazer de hidroksiapatite yüksek afiniteye sahiptir.

Yapılan bir çalışmada bu lazerle tedavi edilen dişlerde pulpal sıcaklığının aslında 5°C düşebileceğini belirtilmiştir (114). Bu lazerler çürük temizleme için kullanılacaksa su spreyi altında uygulanmalıdır. Çürük diş dokularında su içeriği fazladır böylece lazer özellikle bu hastalıklı dokuyla etkileşir (120). Her iki lazer de yumuşak doku fazla su içerdiğinden bu dokuda aktiftirler fakat hemostatik özellik konusunda etkinlikleri sınırlı kalır. Erbium lazerler ile yapılan kesikler diğer cerrahi yöntemlere göre çok daha hızlı iyileşme göstermektedir. Bunun nedeni olarak lazerin yumuşak dokuya termal yönden çok az zarar vermesi gösterilebilir (120). Bu iki lazerin avantajlı yönü restoratif diş hekimliğinde gingivaya yaklaşmış çürük lezyonlarını tedavi edebilmesi ve yumuşak dokuyu yeniden şekillendirebilmesidir. Tedavi sırasında ısı ve mekanik etkinin minimum olması Er: YAG lazerlerle anestezi yapılmadan tedavi olanağı sağlar (120). Er:YAG lazer, dental materyallerin yüzey işlemlerinde yaygın olarak kullanılan bir lazer sistemidir (121–123). Er:YAG lazer uygulamasından sonra rezin kompozit veneerlerin PEEK'e bağlanma gücü üzerindeki etkisine ilişkin bir çalışmada, kumlama, silika kaplama veya bunlarla birlikte Er:YAG lazerin beraber kullanılması, PEEK rezin kompozitin bağlanması için yeterli olduğu rapor edilmiştir (124). PEEK ve rezin siman bağlantısını araştıran farklı bir çalışmada ön işlemler arasında, silika kaplama ve kumlama grupları, kontrol ve Er:YAG lazer grubuna

göre önemli ölçüde daha yüksek bağlantı dayanımı değerleri sunmuştur (112). Ayrıca Er, Cr: YSGG lazerde zirkonyum yüzey pürüzlendirmesi için tercih edilmiştir (125).

CO₂ Lazer

Gaz aktif ortamlıdır. İçi boş tüp benzeri yapısıyla devamlı ya da aralıklı vurumlu modda kullanılır. Dalga boyu 1060 nm'dir. Su tarafından absorpsiyonu iyidir. Bu özelliği ile yumuşak dokularda aktif olarak kullanılabilir. Dokulara yüzeyel penetrasyon gösterir. Yoğun fibrotik dokularda kullanımı oldukça iyidir. Hidroksiapatite de yüksek absorpsiyona sahiptir. Karbondioksit lazerler ile non-kontak mod aktifleştirilerek doku kesimi, buharlaştırma ve koagüle etme işlemleri yapılabilir. Kontakt mod ise bu lazerlerde kullanışlı değildir. Ağız içinde; frenektomi, gingivektomi, gingivoplasti, dişeti pigmentasyon tedavisi, periodontal flebin de-epitelizasyonu, granülasyon dokularının uzaklaştırılması, insizyonel ve eksizyonel biyopsi, aftöz ülser, herpetik lezyon, implant üstünün açılması gibi preprotetik cerrahi uygulamalarda kullanım alanı bulmuştur (126). Yapılan bir çalışmada CO₂ lazer polimerler tarafından kolayca absorbe edildiği için PEEK yüzey pürüzlendirmesinde kullanılmış ve sonucunda klinik olarak kabul edilebilir minimum bağlantı dayanımı değerleri elde edilmiştir (127).

Fiber Lazer (Ultrahızlı Lazerler)

Fiber lazer ismini ışının içinden geçmiş olduğu fiber kablodan almaktadır. Bu kablo ile ışın hızı çok yüksek hıza ve kaliteye ulaşmaktadır. Fiber kablodan geçen ışın çeşitlilik göstermektedir. Bunlar fiber lazerler arasında geniş kullanım alanı da olan; Er (erbium), Yb (ytterbium), Nd (neodmium) ve Tm (thulium) fiber lazerlerdir (128).

Ticari olarak piyasaya sürülen yeni nesil lazerler olan fiber lazerler dengeli salınlı modu, verimlilik, monolitik paketlenme imkanı ve düşük bakım maliyetleri açısından önceki teknolojilere kıyasla önemli avantajlar sunmaktadır. Fiber lazerleri diğer lazer teknolojilerinden ayıran ve onlara üstün genel performans sağlayan birçok özellik vardır. Yüksek yüzey/hacim oranı nedeniyle fiber lazerler daha iyi termal stabilite sağlarlar. Az yer kaplarlar. Geleneksel lazerlere oranla yüksek verimlilik gösterirler (CO₂ %10, Nd: YAG~2, fiber lazer %25). Yansıtma özelliği neredeyse yoktur. Bu durum bakır, bronz, alüminyum gibi kesimi zor ve yansıma yapan malzemeleri rahatlıkla kesme imkanı sağlar. Yüzeysel temizlik dışında bakım ve servis maliyeti yoktur. 50 metreye kadar ışın kalitesi değişmez ve güç kaybı yaşanmaz. Isı artışı minimumdur (129).

Malzeme işleme alanında yaygın olarak kullanılan 1030-1080 nm dalga boyuna sahip Yb: fiber lazerler tıpta da kullanım alanı bulmuştur. Öyle ki yaygın olarak kullanılan 1064 dalga boyundaki Nd: YAG lazerlere alternatif hale gelmektedir. Mikrosaniye atılımlı 80 W' dan fazla yüksek güç sağlayan Yb atılımlı lazerler; kardiyovasküler, jinekoloji, abdominal cerrahi ve diş hekimliği gibi çeşitli alanlarda kullanılmaktadır (128). Yb: Fiber lazer yoğun bir şekilde kullanılmakta olan CO₂ ve Nd: YAG malzeme işleme lazerlerine etkin bir alternatif oluşturmaktadır (128).

Ytterbium sembolü Yb ve atom numarası 70 olan bir kimyasal elementtir. Periodik tabloda 6f grubundandır. Kristal yapısı kübik merkezli yüzeydir. Elastisite modülüsü 24 GPa'dır. Elementi 1878 yılında İsviçre'de Jean de Marignac isimli araştırmacı keşfetmiştir (130).

Yb: fiber lazerin tercih edildiği malzeme işleme yöntemleri (130).

- Kesme (cutting)
- Kazıma (etching)
- Kaynak (welding)
- Hibrit kaynak (hybrid welding)

Dental uygulamalarda ise fiber lazerler yeni kullanım alanı bulmaya başlamıştır. Ancak bu konudaki literatür sınırlıdır. Ultrahızlı fiber lazerler diş hekimliğinde daha çok implantların yüzeylerini pürüzlendirme ve şekillendirme işleminde kullanılmaktadır (131–133). Önceki çalışmalarda restoratif materyal yüzeylerine çeşitli lazer uygulamaları yapılarak bağlanım dayanımları değerlendirilmiştir (107, 134). Yapılan çalışmalarda fiber lazerler kullanılarak mikron ve nanometre boyutlarında pürüzlülüğe sahip çeşitli yüzey yapıları oluşturulabildiği görülmüştür (131). Ateş ve ark. (135) rezin siman ve titanyum arasındaki bağlantı dayanımını inceledikleri çalışmada kumlama ve ultrahızlı lazer uygulamasının bağlantı kuvvetini arttırdığını bildirmişlerdir. Yine aynı çalışmada ultrahızlı fiber lazerin metal yüzeyleri pürüzlendirmede alternatif bir yöntem olabileceği belirtilmiştir (135). Korkmaz ve ark. (136) yaptıkları çalışmada akrilik rezin ve titanyum arasındaki bağlantı dayanımını incelemişlerdir. Sonuç olarak, tek başına fiber lazer uygulamasının kumlamadan daha iyi sonuç vermediği tespit edilirken, fiber lazer uygulamasından sonra metal primer uygulandığında bağlanma dayanımı değerlerinde önemli artış olduğunu bildirmişlerdir. Çulhanoğlu ve ark. (166) Yb: Fiber lazer ile yüzeyi pürüzlendirilen PEEK'in

kompozit rezin ile bağlantı dayanımını değerlendirmiş ve PEEK restorasyonunda yüzey pürüzlendirme işlemlerinde Yb: Fiber lazer uygulamasını önermişlerdir.

2.1.6.2. Kimyasal Bağlantı Oluşturan Adeziv İşlemler

Dental restorasyonlarda adeziv uygulanmasının esas amacı, kompozit simanlar için gereken retansiyonu sağlamaktır. Restorasyon marjinlerindeki mikrosızıntıya engel olmak için dental adezivler, mekanik kuvvetlere ve kompozit kenarlarında oluşan büzülme streslerine karşı koyabilmelidir (137). Adeziv ve üzerini kaplayan kompozitin, sağlam kovalent bağlar kurabilmesi için dental adezivler, kompozitlerdekine benzer şekilde rezin monomerler içerir. Adezivlerdeki rezin monomerler, kompozitlerdekine benzer bir yapıda olup matriks yapısı olarak bilinir. Bu matriks yapısı, yapısal devamlılığı sağlar ve adezive, yapısal sağlamlık gibi fizikomekanik özellikler verir. Bu nedenle monomerler, adezivlerdeki en önemli bileşenlerdir. Temel olarak iki tip monomerden söz edilebilir: çapraz bağ yapan monomerler ve fonksiyonel monomerler (138). Sertleşme sırasında fonksiyonel monomerler, doğrusal polimerleri, çapraz bağ yapanlar ise çapraz polimerleri meydana getirir. Doğrusal olanlara kıyasla, çapraz bağ yapanlar daha iyi mekanik dayanıklılık gösterirler. Bu nedenle bu monomerlerin yapıya katılarak adezivi güçlendirmesi oldukça önemlidir (139). Bazı monomerler ise daha karışık bir moleküler yapıya sahip olup, birçok polimerize edilebilir ve fonksiyonel grubun özelliklerini içinde barındırarak iki monomer grubuna da dahil olur (140). Bunlara örnek olarak; PENTA-akrilat fosfat (PENTA), bifenildimetakrilat (BPDM), triklorobenzen (TCB) vs. verilebilir (141).

Adeziv sistemlerin çözücüler ve kimyasal içeriği, PEEK'e de dayanıklı bir bağ oluşturmada önemli rol oynamaktadır. PEEK materyali ile rezin simanlar arasında devamlı ve güçlü bir bağlantı kurmak amacıyla PEEK polimerlerine yüksek afinitesi olan primerler kullanılmaktadır. Bunlar fonksiyonel monomerler içerir. En yüksek başarı gösteren monomerlerden biri metil metakrilat (MMA)'dır. MMA monomerleri PEEK yüzeylerini şişirerek aktif bir yüzey oluşturur ve bağlanma dayanımını artırır (6, 86). Farklı monomerler içeren primerlerin uygulandığı çalışmalarda, kompozit rezinin PEEK'e bağlanma dayanımına etkisini araştırılmıştır. MMA esaslı primer uygulanan örneklerde yeteri kadar güçlü bağlanma dayanımı değerleri elde edildiği ve bu değerlerin metal seramik restorasyonlarla karşılaştırılabilir sonuçlar olduğu rapor edilmiştir (27, 74, 86). MMA monomerleri içeren primerlerin yaşlanmadan sonra bile yüksek değerler gösterdiği çalışmada rapor edilmiştir (78). Farklı çalışmalarda, PEEK ile rezin içerikli simanların

bağlantı kurabilmesi için yüzey işlemlerinin yapılması gerektiğini vurgulanmıştır (6, 29). Bu nedenle PEEK yüzeylerinde çeşitli yüzey işlemleri, silan ajanları (142) ve adezivler (6, 74) test edilmiştir. Yüzey işlemleri arasından, sülfürik asit ile asitleme, bağlanma dayanımı açısından en yüksek değerleri göstermiştir (29). Fakat sülfürik asitin kullanımı tehlikeli olup klinik ve laboratuvar koşullarına uygun değildir. Al_2O_3 ile kumlama ve MMA içerikli adeziv sistemlerin kombine kullanımı, PEEK yüzeylerinde daha güvenli ve yaygın kullanılan bir yöntemdir (5, 6).

Asidik bir fosfat monomeri olan MDP (10-metakriloksidetil dihidrojen fosfat) metal oksitlerinin bağlantısında kullanılmak amacıyla üretilmiş, son dönemde endikasyonları arasına PEEKde girmiştir. MDP içerisindeki aktif fosfat monomerleri kompozit rezinlerin içerisindeki monomerler ile kopolimerize olarak bağlanma dayanımını arttırdığı düşünülmektedir (143). MDP içerikli farklı primerlerin PEEK ve kompozit bağlanma dayanımına etkisinin incelendiği çalışmada (144) farklı bağlanma değerleri elde edilmesinden dolayı MDP'nin PEEK'in bağlanma özelliklerinde anahtar faktör olmadığı rapor edilmiştir.

2.1.6.3. Hem Mekanik Hem de Kimyasal Bağlantı İçin Uygulanan İşlemler

Tribokimyasal Silika Kaplama

Tribokimyasal silika kaplama yöntemi, PEEK yüzeyini silika ile kaplamak için silika partiküllerinin materyal yüzeyine püskürtülmesi esasına dayanmakta olup, ek olarak yüzeyin pürüzlendirilmesini sağlamaktadır (27). Hem laboratuvar (Rocatec, 3M ESPE, Seefeld, Almanya) hem de klinik kullanıma (Cojet, 3M ESPE, Seefeld, Almanya) uygun türleri bulunmaktadır (27, 28, 77).

Co-Jet sistemi klinikte kullanılabilen bir tribokimyasal silika kaplama yöntemi olup, kaplayıcı-aşındırıcı kum ve silandan oluşmaktadır. Silika partikülleriyle modifiye edilmiş 30–110 μm büyüklüğündeki Al_2O_3 partiküllerinin 90° açıyla 2-3 bar basınç altında yaklaşık 5–15 sn süreyle uygulanması ile gerçekleştirilir. Yüksek enerjili silika kaplı alüminyum oksit partiküllerinin yüzeye çarpması sonucu silika PEEK yüzeyine 15 μm kadar gömülür ve böylece PEEK yüzeyi silanla kimyasal bağ kuracak hale gelir. Bu tabaka ile PEEK yüzeyine uygulanan silan tabakası arasındaki bağlantı kolaylaşır. Böylece hem yüzey alanı arttığı için mikromekanik tutuculuk sağlanmakta, hem de silan uygulaması yapıldığı için kimyasal tutuculuk sağlanmaktadır (145).

Rocatec sistemi ise yine tribokimyasal silika kaplama yöntemi olup laboratuarda kullanılabilen bir yöntemdir. Bu sistemde iki aşamalı kum uygulaması yapılır. Önce 110 mµ kum, 2,5 bar basınçla restorasyona uygulanır. Sonra Rocatec-plus adı verilen 110 mµ silisyum oksit kumu yine 2,5 bar basınç altında püskürtülerek yüzeyde mikroskobik düzensizlikler oluşturulur mekanik tutuculuk sağlanır (29, 83).

2.2. Rezin Simanlar

Diş hekimliğine tanıtılan ilk kompozit bazlı rezin siman 1977 yılında metal alt yapılı sabit köprü protezlerinin simantasyonunda kullanılmıştır. İlk zamanlarda polimerizasyon büzülmesiyle mikrosızıntıya yol açabileceği, pulpa hassasiyetine neden olabileceği, manipülasyonunun zor olduğu, film kalınlığının fazla olması nedeniyle kullanımı yaygınlaşmamıştır. Adezyon özelliklerinin gelişmesiyle ve tam seramik restorasyon uygulamalarının artmasıyla rezin simanların kullanımı da yaygınlaşmıştır. Kompozit rezinler yapılarında organik polimer matriks faz, inorganik faz ve ara faz olmak üzere üç farklı faz barındırır (146).

Organik polimer matriks fazı, glisidil metakrilat ile bisfenol A'nın bir araya gelmesiyle oluşan bisglisidil metakrilattır (Bis-GMA). Renk değişimine direnç sağlayan, iyi adezyon sergileyen UDMA polimer matriks olarak kullanılır. UDMA ve Bis-GMA oligomerleri fazla visküz olduklarından, viskoziteyi azaltmak için trietilen glikol dimetakrilat (TEGDMA) yapıya eklenir (146).

İnorganik faz ise polimer matriks yapı içerisine dağıtılmış farklı büyüklük ve şekillerdeki çinko, baryum, borosilikat cam ve itriyum cam, kuartz, stronsiyum, baryum alüminyum silikat gibi inorganik doldurucu partiküllerden oluşmaktadır. Stronsiyum, çinko, baryum ve itriyum reçineye radyoopasite özelliği verirken silika partikülleri birleşimin mekanik özelliklerini artırır, ışığın penetrasyonuna ve yayılmasına olanak sağlar. Saf silika, kristalin (kuartz, kristobalit ve trimidit) ve kristalin olmayan silika cam formlarında bulunmaktadır. Kristalin formları daha serttir bu yüzden kompozit rezin materyalin bitirme ve cila işlemlerini zorlaştırır. Bu yüzden günümüzde kompozit reçinelerin üretiminde silikanın kristalin olmayan formu tercih edilmektedir (146, 147).

Ara faz, silan adı verilen organik silisyum bileşiğinden oluşmaktadır. Silika partiküllerinin yüzeyi silan bağlayıcı ajanlar ile önceden kaplanmaktadır. Bu yöntem sayesinde silika partikülleri yüzeyinde, tek moleküllü ve çift fonksiyonlu çok ince bir tabaka

oluşmaktadır. Bu tabakadaki moleküllerin bir ucu silika taneciklerinin yüzeyinde yer alan hidroksil gruplarıyla, diğer ucu organik matrikste bulunan polimer ile bağlantı kurar. Silan bağlayıcı ajanlar reçinenin mekanik ve fiziksel özelliklerini artırmakla birlikte reçine-partikül ara yüzü boyunca suyun geçişini engelleyerek hidrolitik dengeyi sağlar. Böylece rezin materyalin ağız sıvılarındaki çözünürlüğünü ve su emilimini azaltır (146, 147).

Rezin simanlar üstün renk benzerliği, ağız sıvılarında düşük çözünürlük, üstün dayanıklılık gibi özelliklerinden dolayı postların, indirekt kompozit restorasyonların, kuron-köprü, lamina, inley-onley gibi tam seramik sabit restorasyonların simantasyonlarında tercih edilirler. Mine ve dentin dokuları, fiber postlar, seramikler ve metaller ile iyi bağlantı gösterirler (148, 149). Çekme dayanımları 20-50 MPa, basma dayanımları 100-200 MPa arasında olan bu değerler geleneksel simanlara karşın daha yüksektir (150).

Rezin simanlar; takviye edilen doldurucu partiküllere, reçinenin tipine ve polimerizasyon mekanizmalarına göre farklılıklar gösterirler. Polimerizasyon mekanizmalarına göre rezin simanları sınıflarsak (150, 151):

- Kimyasal olarak polimerize olan (self-cure) rezin simanlar,
- Işıkla polimerize olan (light-cure) rezin simanlar,
- Hem kimyasal hem de ışıkla polimerize olan (dual-cure) rezin simanlar.

2.2.1. Kimyasal Olarak Polimerize Olan (Self-Cure) Rezin Simanlar

Kimyasal olarak polimerize olan rezin simanlar, katalizör ve baz olmak üzere iki pattan meydana gelir. Katalizör kısmında tersiyer aromatik amin, bazda ise benzoil peroksit bulunmaktadır. Kimyasal polimerizasyon, reaksiyon hızlandırıcı tersiyer aminin benzoil peroksit ile reaksiyonu sonucunda başlar (146, 152). Zamanla tersiyer aminler ağızda kimyasal değişikliğe uğrar. Bu sebeple amin renkleşmesi olduğundan renk stabilitelerinin iyi olmadığı gözlemlenir. Ayrıca karıştırmaya bağlı porözite oluşması ve çalışma süresinin sınırlı olması gibi dezavantajları da vardır (146). Postların, opak altyapılı tam seramik kuron ve köprü protezlerinin, metal destekli protezlerin simantasyonu için uygundur (153).

2.2.2 Işıkla Polimerize Olan (Light-Cure) Rezin Simanlar

Işıkla polimerize olan rezin simanlar, tersiyer amin renkleşmesinin olumsuz etkisini ortadan kaldırmıştır. Polimerizasyonlarının kontrol edilebilmesi ve renk stabilitesi gibi avantajlara sahiptir. Polimerizasyon reaksiyonunu başlatıcı olarak kamforokinon veya

diketon, reaksiyonu hızlandırıcı olarak ise alifatik amin içerirler (154). Işıklı polimerizasyon; ışık kaynağının uzaklığına ve türüne, ışık yoğunluğuna bağlıdır (155). Görünür ışığın penetrasyonu sağlayan ve kalınlığı 1,5-2 mm'den az olan kompozit ve tam seramik restorasyonlar ile postların simantasyonunda kullanılırlar (154).

Simanın çalışma süresi, restorasyonun yerleştirilmesi ve ardından taşan malzemenin uzaklaştırılması için yeterlidir (156, 157). Polimerizasyon büzülmesi ve kalın restorasyonlarda bu simanların polimerizasyon derinliğinin yetersiz olması en önemli dezavantajlarıdır (147, 156).

2.2.3 Hem Işıklı Hem de Kimyasal Olarak Polimerize Olan (Dual-Cure) Rezin Simanlar

Dual-cure simanlar, ışıklı polimerize olan simanlarda üniform polimerizasyon oluşmama riski olduğu için geliştirilmiştir. Hem ışık hem de kimyasal yolla aktive olan bu sistemler (dual sistemler); katalizör ve baz olmak üzere iki ayrı pat halindedirler. Baz kısmında ışık ile polimerizasyonu başlatan kamforokinon, katalizör kısmında ise kimyasal polimerizasyonu başlatan amin-peroksit bulunur (146).

Amin-peroksit reaksiyonu yavaş seyrettiği için rezin simanın erken polimerizasyonu engellenir ve restorasyon yerleştirildikten sonra, taşan simanın uzaklaştırılmasına imkan tanır. Işıklı polimerizasyonu sonrası kimyasal polimerizasyon yavaşça devam eder ve yaklaşık 24 saat içinde reaksiyon tamamlanır. Kimyasal yolla polimerize olan simanlara kıyasla diş hekimine yeterli bir çalışma zamanı tanırken, ışıklı polimerize olan simanlara göre ışığın ulaşmadığı derinliklerde de polimerize olabilmektedir (152, 157).

Dual cure rezin simanların polimerizasyonunda ışık kullanılmadığı zaman, simanın mekanik özellikleri azalır (158, 159). Düşük doldurucu içeriğine sahip olmakla beraber inley-onley, laminate veneer gibi restorasyonların simantasyonu için viskoziteleri yeterlidir. Işıklı polimerizasyonun yetmeyeceği durumlarda postları ve kalın seramik restorasyonları simante ederken kullanılmaktadırlar (158).

2.3. Self-Adeziv Rezin Simanlar

Geleneksel simanların uygulama kolaylığıyla, rezin simanların estetik üstünlükleri ve yüksek mekanik özellikleri biraraya getirilerek self-adeziv rezin simanlar geliştirilmiştir. Bu simanlar diş dokusunu demineralize ederek penetre olabilen, asitleme ve ek bir adeziv malzeme uygulaması gerektirmeyen simanlardır (160–162).

İçeriğindeki multifonksiyonel fosforik asitle modifiye edilmiş olan metakrilat monomerleri mineyi ve dentini eş zamanlı bir şekilde demineralize eder ve bu yapılara mikromekanik bağlanma sağlanmış olur. Fosforik asit grupları, diş dokularında bulunan hidroksiapatit ile reaksiyona girer ve çözünmüş apatit ile monomer asidik grup arasında kimyasal bağlanma gerçekleştirir (163, 164). Ortofosforik asit grupları ile alkali özellikteki doldurucular arasında meydana gelen reaksiyonla ortam pH'sı 1'den 6'ya kadar yükselir. pH'nın nötralizasyonu sonucunda oluşan su, self-adeziv simanın başlangıçtaki hidrofilik özelliğine katkı sağlamaktadır (164–166). Böylelikle, simanın hidrofilik özelliği artar ve nem toleransı ile dişe adaptasyon gelişir. Simanın iyon salınımı yapan doldurucularla ve asidik fonksiyonel gruplarla olan reaksiyonlarında suyun kullanılması; self-adeziv simanlara, hidrofilik yapının hidrofobik bir matrikse dönüşmesi ve flor salınımı özelliği gibi iki farklı avantaj katmaktadır. Sonuç olarak monomer hidroksiapatit ve asidik gruplar arasında oluşan adezyonun hem kimyasal hem de mikromekanik olduğundan söz edilebilmektedir (167). Bu simanların diş sert dokularına bağlanma mekanizmaları, hibrit tabaka ve rezin tag oluşumu ile değil de smear tabakasının kısmi demineralizasyon ve rezin infiltrasyonuna dayanmaktadır. Bu sebepten self-adeziv rezin simanların bağlanma mekanizmaları, geleneksel rezin simanlardan ziyade geleneksel cam iyonomer simanlarla daha çok benzerlik göstermektedir (162). Smear tabakası uzaklaştırılmadan uygulanması sonucunda post operatif hassasiyet oluşturmazlar. Flor salınımı kabiliyetleri vardır ve neme karşı toleranslıdır (152, 168). Ayrıca, smear tabakasını tamamen demineralize edememeleri ve dentinde belirgin bir infiltrasyon yani gerçek bir hybrid tabaka oluşturamadıkları için, self-adeziv rezin simanların geleneksel rezin simanlara kıyasla daha düşük bağlanma değerleri gösterdikleri bildirilmiştir (165, 169, 170).

Self-adeziv rezin simanların mine ve dentini sınırlı bir asitleme potansiyeli taşımaları ve viskoziteleri, bu simanların derine penetrasyon sağlayamamasına, dentin dokusu ile yüzeyel bir etkileşim göstermesine neden olur (171). Fiziksel özellikleri kompozit rezin simanlarla benzerlik göstermekle beraber yük altında deformasyona karşı yüksek bir dayanıklılığa sahiptir. Self-adeziv rezin simanlar kimyasal olarak, ışık ile ve hem ışık hem kimyasal olarak (dual cure) polimerize edilebilmektedirler. Genellikle inley-onley, kuron ve postların simantasyonunda kullanılabilirler (39). Kullanılmadıkları tek restorasyon türü laminate veneer restorasyonlarıdır (152, 166, 168).

2.4. Yapay Yaşlandırma

Dental materyallerin ağız ortamındaki performansına yakın sonuçlara ulaşabilmek için laboratuvar deney düzeneğine materyalin ağız içerisinde etkileneceği durumlar yansıtılmalıdır. Bunların etkileyecek etmenlerin en önemlileri ısısal değişiklikler ve çiğneme kuvvetleridir (172, 173). Restoratif sistemlerin etkinliğini değerlendirmek ve ağız içindeki davranışlarını önceden değerlendirebilmek için laboratuvar koşullarında suda bekletme, termal yaşlandırma gibi yapay yaşlandırma yöntemleri kullanılmaktadır. Örnekler 24 saat, 7 gün veya 30 gün süreyle 37°C'lik suda bekletilebilir (174, 175).

2.4.1. Termal Yaşlandırma

Termal yaşlandırmanın geçerliliği için sıcaklık, bekletme süresi ve döngü sayısı olmak üzere üç önemli parametre ortaya çıkmaktadır (176). In- vitro koşullarda 4 derece ile 60 derece arasında değişen sıcaklıklarda termal yaşlandırma uygulaması önerilmektedir (177). ISO 11405 standartlarına göre uygulanan sıcaklık 5-55° derecedir. Bu değerler birçok araştırmacı tarafından in-vivo şartların simülasyonu için kabul görmüştür (176, 178). Fakat termal yaşlandırma sayısı ve daldırma zamanı konusunda literatürde farklı değerler ile karşılaşılmaktadır (177).

2.5. Materyallerin Yüzeylerini İncelemek Amacıyla Kullanılan Yüzey Analiz Yöntemleri

2.5.1. Profilometre ile Yüzey Pürüzlülüğü Ölçümü

Yüzey pürüzlülüğünün incelenmesinde en çok kullanılan yöntem, seçilmiş alandaki bölge anatomisinin hassas bir uç ile taranmasıyla gerçekleştirilen yüzey profil analizidir. Profilometre cihazında, elmas tarayıcı bir uç, örnek yüzeyinde gezinirken elde edilen yüzey pürüzlülüğü bulguları dijital olarak hesaplanır ve kaydedilir. Yüzeylerin profilometre ile incelenmesinde Ra, Rz, Rpm ve Rz:Rpm gibi bir çok parametreler kullanılabilir (179, 180). Ra (Average Roughness) parametresi yüzeyin ortalama pürüzlülüğünü tanımlar ve tüm pürüzlülük mesafesinin merkez çizgiye göre uzaklığı ölçülerek aritmetik ortalamanın alınmasıyla hesaplanır. Rz parametresi yüzeyde ölçüm yapılan mesafenin beş parçaya bölünmesi, her bir parçadaki en tepe nokta ve en derin nokta arasındaki farkın ortalamasının alınmasıyla elde edilir ve örnek yüzeyinin pürüzlülük derecesini tanımlamak amacıyla kullanılır (181).

2.5.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (TEM)

TEM’de görüntü oluşması için örneğe iletilen elektron demetinin geri yansıması ve bu yansıyan sinyallerin algılanması gerekir. TEM tekniklerinin kullanılması görüntülerde iyi bir alan derinliği sağlamaktadır (182). Elektron ışını örneğin yüzeyini tarar ve sinyaller görüntü olarak algılanır. Böylece örneğin yüzey morfolojisi incelenmiş olur (183). TEM analizi ayrıca yaşlanmanın yüzey bozulması üzerine potansiyel etkisini incelemek için kullanılabilir. Yaşlanmanın etkisiyle yüzeyde meydana gelen değişiklikler ve grenlerdeki ayrılmalar izlenebilir (184).

TEM işleminde tarama işleminden önce örneklerin belli kurallar dahilinde hazırlanması gerekir. Öncelikle örnekler kakodilat tamponunda sabitlenir. Sonrasında etanol içerisinde dehidratasyona işlemi yapılır ve kimyasal kurutma sağlanır. Ardından örnekler altın püskürtme cihazıyla ince altın tabakasıyla kaplanır (185). Örneğe gittikçe artan miktarda elektron demetleri gönderilir ve satır satır taranır. Yüzeye çarpan elektronlar sekonder elektronlar olarak isimlendirilen elektronlar yayar. Bu yayılan elektronlar özel dedektörlerle yakalanırlar. Yakalanan sekonder elektronlar elektrik akımına çevrilir. Son olarak elektriksel sinyal katot tüpüne iletilir, görüntü bilgisayar ekranından kayıt edilir (186).

2.5.3. Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS)

Enerji dağılımlı X ışını analizi örneklerin içeriğindeki kimyasal elementlerin lokal tayini için TEM analizi ile birlikte kullanılan mikro-analitik bir tekniktir (187). EDS yöntemiyle küçük materyallerin kimyasal bileşimi malzemenin yukarıdan odaklanmış bir elektron ışınıyla aydınlatıldığı vakum odasına yerleştirilmesiyle ölçülür. Yüzeyi bombalayan elektronlar malzemenin içine dağılır ve ikincil elektronları sabit yörüngelerinden çıkararak örnek içindeki atomları iyonize edebilir. Yörüngede ortaya çıkan boşluklar atomun dış yörüngelerinden elektron akışıyla doldurulur. İyonize atomlar incelenen malzemenin kimyasal elementlerinin karakteristiğine göre farklı X ışını yayar. X ışını emisyonundan elde edilen fotonlar bir dedektör yardımıyla toplanır. Örnek içinde mevcut elementin atomları tarafından belirli bir zaman aralığında yayılan karakteristik X ışınlarının yoğunluğu elementin örnek içindeki konsantrasyonuyla orantılıdır. İçerikteki tüm elementlere ait veriler özel bir yazılım sistemine sahip bilgisayara aktarılır ve örneğin kimyasal içeriği incelenebilir (188).

2.6. İki Farklı Materyal Arasındaki Bağlantı Dayanımının Değerlendirilmesinde Kullanılan Mekanik Test Yöntemleri

Günümüz diş hekimliğinde en etkin yöntem klinik çalışmalar olsada uzun dönem takiplerinin zaman alıcı ve gerçekleştirilmesi zor olduğundan, in vitro bağlantı dayanım testleri diş hekimliğinde sıklıkla kullanılmaktadır (189, 190). Bağlanma dayanımı testleri adeziv ve aderent arasındaki bağlantıyı bozarak başarısızlığa neden olan minimum kuvveti ölçer (189). Çok sayıda değişkenin bağlanma dayanımı sonuçlarını etkileyeceği dikkate alınarak bu testler Uluslararası Standardizasyon Organizasyonu (ISO) tarafından standardize edilmeye çalışılmıştır. Bunu sağlamak için ISO tarafından 1994 yılında Dental Materyaller Diş Dokusuna Adezyon Testleri başlıklı bir döküman yayınlamıştır. Böylelikle farklı üretici ve araştırmacıların dökümünde belirtilen prosedürleri takip ederek elde edilen verilerin standardizasyonu ve kıyaslanabilmesi hedeflenmiştir (191). ISO 11405 (2003)'e göre bağlanma dayanımı testleri çekme ve makaslama bağlanma dayanımı testi olarak ikiye ayrılır. Ancak son yıllarda daha küçük yüzeylerin değerlendirilmesini sağlayan mikro çekme bağlanma dayanımı testi ve dişlerdeki bölgesel değişikliklerin bağlanma direncine etkisini değerlendiren mikro-makaslama testleri kullanılmaktadır (190, 192).

2.6.1. Makaslama (Shear) Bağlanma Dayanımı Testi

Makaslama testi bağlanma dayanımını değerlendirmek için sıklıkla kullanılır. Bu yöntemde örnekler arası bağlantıda ayrılma meydana gelene kadar 0.75 ± 0.3 mm/dk. hızla makaslama kuvveti uygulanır. Birim alana düşen makaslama direnci uygulanan maksimum kuvveti bağlantı yüzey alanına bölünerek elde edilmektedir .

Makaslama bağlanma dayanım testi bağlantı bölgesinde homojen olmayan stres dağılımları oluşması nedeniyle eleştirilir. Ayrıca elde edilen sonuçlar örnek geometrisinden ve yükleme esnasında düzensiz stres dağılımının meydana gelmesinden de büyük ölçüde etkilenmektedir (193).

2.6.2. Mikro Makaslama (Micro-shear) Bağlantı Testi

Bağlantı alanı 2 mm^2 den daha küçük olan örnek boyutu ile yapılan konvansiyonel makaslama testine benzer şekilde uygulanan test yöntemidir. Büyük örneklerdeki boşlukların ve stres yaratan faktörlerin olumsuz etkilerini ortadan kaldırabilmek amacıyla geliştirilmiştir (194).

2.6.3. Gerilim (Tensile) Baęlanma Dayanımı Testi

Gerilim testinde kullanılan malzemeler birbirinden ayrılanı kadar çekme kuvveti uygulanır. Bu test metodunda ara yüzde homojen basınç dağılımı izlenir. P/A formülüyle gerilim kuvvetine dayanımı hesaplanır ve elde edilen sonuç megapaskal (MPa) olarak kaydedilir (P , kırılma anındaki yük (Newton) A , adeziv alan (mm^2)) (195). Çekme testinde birleştirilen farklı materyallerin elastisite modülleri ve dayanıklılıkları birbirinden farklı olduğundan dolayı malzemeler birbirini etkilemektedir. Bu durum kontrol altına alınamadığı için ölçüm sonuçları saflığını yitirebilir. Bu yönteminde örnek geometrisinde zorluk, bağlantı ara yüzeyinde homojen olmayan stres dağılımına baęlı koheziv kırılmaların oluşması gibi dezavantajlar bulunmaktadır (196).

2.6.4. Mikro Gerilim (Micro-tensile) Testi

Mikro gerilim bağlanma testinde; esas örnekten alınan yüzey alanı 1 mm^2 olan mikro barlar iki ucundan tablaya yapıştırılır. Sonrasında kopma oluşana kadar 1 mm/dk hızla çekilerek bağlantı direnci kaydedilir. Birim alana düşen gerilim direnci uygulanan maksimum kuvvetin mikro barların yüzey alanına bölünmesi ile elde edilmektedir (197, 198). Gerilim testi adeziv ara yüzeyde homojen stres dağılımını elde etmek ve ara yüzde bulunan defektlerin etkisini minimale indirmek için geliştirilmiştir (193).

3. GEREÇ ve YÖNTEM

Yaptığımız çalışmada PEEK materyaline uygulanan ultrahızlı fiber lazer ile birlikte farklı yüzey işlemlerinin yüzey pürüzlülüğüne etkisi incelendi ve ultrahızlı fiber lazer uygulamasının PEEK ile rezin siman bağlantısına etkisi değerlendirildi. Ayrıca uygulanan yüzey işlemleri sonrası metal primer ve seramik primer uygulamasının PEEK materyali ve rezin siman arasındaki bağlantı dayanımına olan etkisi de incelendi. Yüzey analiz yöntemlerinden biri olan yüzey pürüzlülüğü ölçümü için profilometre kullanıldı. Yüzey morfolojisini görüntülemek için TEM cihazı kullanıldı. Yüzeydeki kimyasal elementlerin tespiti için EDS cihazı kullanıldı.

Bu araştırma Karadeniz Teknik Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Merkez Araştırma Laboratuvarı, Karadeniz Teknik Üniversitesi Makine Mühendisliği Anabilim Dalı Laboratuvarı, Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı, Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Merkez Laboratuvarı, ve Ankara Fiberlast Fiber Lazerleme Sistemleri ile çalışılarak yürütüldü.

Tablo 2. Çalışmada kullanılan materyaller

Malzeme	Ürün Adı	Üretici Firma	İçerik	Lot No
PEEK	breCAM.BioHPP	Bredent Senden, Almanya	%20 seramik doldurucu	479943
Kum	Cobra alüminyum oksit	Renfert, Hilzingen, Almanya	50 µm Alüminyum oksit (%99,5 Al ₂ O ₃ - %0,06 SiO ₂)	2161375
Adeziv	Visio.link	Bredent Senden Almanya	MMA, PETIA, ışık inisiyatorları	203504
Primer	Alloy Primer	Kuraray Noritake Tokyo, Japan	MDP, VTD, Aseton	920110
	Clearfil Ceramic Primer Plus	Kuraray Noritake Tokyo, Japan	MDP,3-methacryloksipropil trimetoksi silan, Etanol	3P0053
Rezin Siman	Panavia SA Cement Plus	Kuraray Noritake Tokyo, Japan	Paste A: MDP, Bis-GMA, TEGDMA, hidrofobik aromatik dimetilakrilat, HEMA; Paste B: Hidrofobik aromatik dimetakrilat, hidrofobik alifatik dimetakrilat	340007

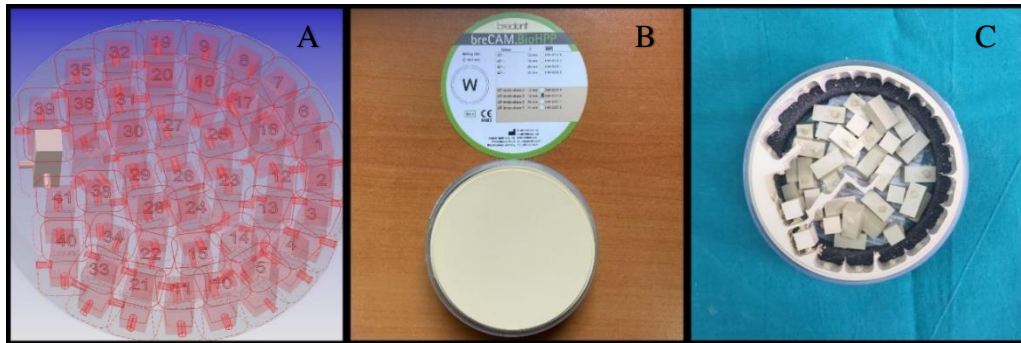
MMA: Metil metakrilat , PETIA: Pentaeritritol triakrilat, MDP: 10- Metakriloloksidozil dihidrojen fosfat, VTD: 6-(4-vinilbenzil-n-propil)amino-1,3,5-triazine-2,4-dithiol, -dithione tautome, Bis-GMA: Bisfenol A diglisidilmetakrilat, TEGDMA: Trietilen glikol dimetakrilat, HEMA: 2-hidroksietil metakrilat.

Tablo 3. Çalışmada kullanılan cihazlar

Ürün Adı	Üretici Firma
CAD/CAM cihazı	Coritec 250i, İmes-icore, Germany
Microcut 125 low speed precision cutter, hassas kesim cihazı	Metkon Instruments Inc. Bursa , Türkiye
Dijital kumpas	Shan , Çin
Buehler Phoenix Beta Cila makinesi	Spectrographic Limited, İngiltere
Everest ultrasonik makine	Everest Mekatronik, İstanbul, Türkiye
Sandy 2 Kumlama Cihazı	Carlo De Giorgi S.R.L, Milano , Italy
Ultrahızlı Ytterbium (Yb) fiber lazer cihazı	FiberLAST Inc. Ankara, Türkiye
Er, Cr: YsGG lazer cihazı	Waterlase MD, Biolase Technology, ABD
Marsurf Ps 10 Mobil profilometre cihazı	Mahr GmbH, Germany
Thermocycler THE-1100, termal yaşlandırma cihazı	Sd Mechatronik, Westerham Germany
Carl Zeiss EVO LS 10, TEM görüntüleme cihazı	Carl Zeiss NTS, Germany
EDS analizi cihazı	JEOL, JSM-6610, Akishima, Japonya
SPI-Module Sputter Coater, altın kaplama cihazı	SPI Supplies, Structure Probe, Inc., PA
Lq-box, polimerizasyon ünitesi	Rolence Enterprise Inc., Taoyuan City, Taiwan
Woodpecker, LED ışık ünitesi	Guangdong, China
Model 3343 Üniversal Test Cihazı	Instron Corp. Norwood, MA, ABD
Stereomikroskop	Leika MZ12, Bensheim, Almanya

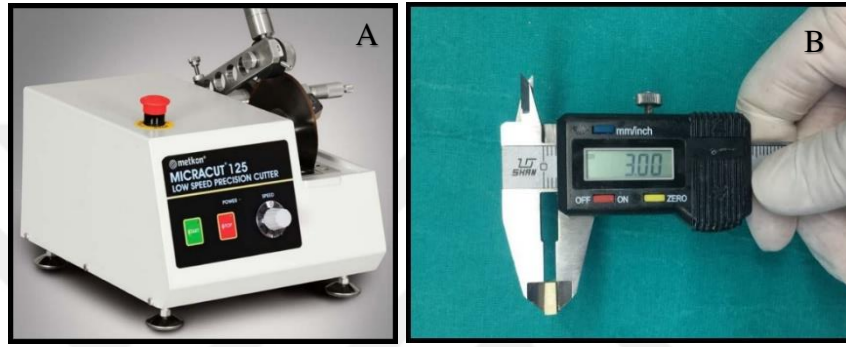
3.1 PEEK Örneklerin Hazırlanması

Çalışmamızda kullanılan PEEK örnekler; üretici firmadan temin edilmiş 98,5 x 16 mm boyutunda BioHPP (Bredent, Senden, Almanya) prefabrike bloklardan CAD/CAM cihazı (Coritec 250i, İmes-icore, Germany) yardımıyla 8x8x16 mm boyutlarında kazınarak hazırlandı (Resim 3).



Resim 3. A: PEEK örneklerin yazılım programında tasarımı B: Çalışmamızda kullanılan BioHPP PEEK blok, C: CAD/CAM ile elde edilmiş 8x8x16 mm boyutlarında örneklerin görünümü

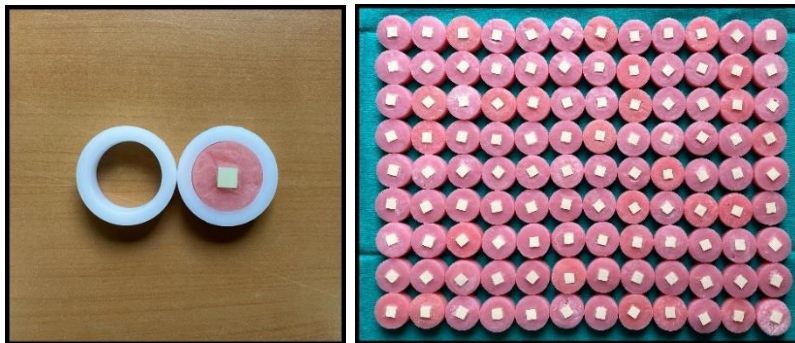
Malzemeyi en verimli şekilde kullanmak amacıyla, 8x8x16 mm boyutlarındaki PEEK bloklardan Microcut 125 hassas kesim cihazı ile (Metkon Instruments Inc. Bursa, Türkiye) su soğutması altında, 400 devir/dk. hızla kesici diskin (Diamond cut-off Wheel B100x0,3/10x12,7mm/ ATM Qness GmbH, Mammelzen, Almanya) kalınlığı da hesaba katılarak her PEEK materyalinden 114 adet 8x8x3 mm boyutlarında örnekler hazırlandı (Resim 4.A). Örnek boyutları dijital kumpas (Dijital Kumpas; Shan, Çin) ile ölçülerek kontrol edildi (Resim 4.B).



Resim 4. A: 8x8x3 mm'lik boyutlarda numune elde edilmesi için kullanılan hassas kesim cihazı, B: 3 mm kalınlığındaki numunenin dijital kumpas ile ölçümü

3.1.1. PEEK Örneklerin Akrilik Silindirlere Gömülmesi ve Son Polisaj İşlemlerinin Yapılması

PEEK örnekler 30 mm çap ve 15mm yüksekliğinde üniversal test cihazının tutucu tablasına uygun formda hazırlanmış silikon kalıplardaki otopolimerizan akrilik reçineye (Meliodent; Heraeus Kulzer, Germany) gömüldü ve üst kenarı akrilik reçineye yakın konumlandırıldı (Resim 5) .



Resim 5. Kesilen PEEK örneklerinin otopolimerizan akrilik reçineye gömülmüş hali

Örnekler 1200 grit silikon karbit zımpara ile (English abrasives; London, İngiltere) su spreyi altında 20 N basınçla otomatik zımpara cihazında (Buehler Phoenix Beta; Spectrographic Limited, İngiltere) 60 sn. boyunca zımparalandı (Resim 6.A). Daha sonra, tüm örnekler ultrasonik makinede (Everest ultrasonik; Everest Mekatronik, Türkiye) distile su ile 5 dk. boyunca üzerindeki artıklardan temizlendi (Resim 6.B) ve hava ile kurutularak yüzey işlemleri uygulanmak üzere hazır hale getirildi.



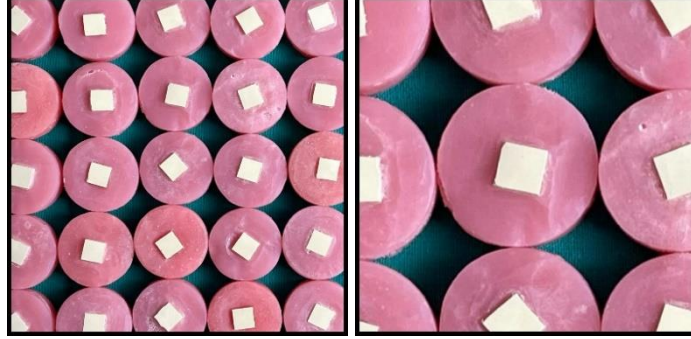
Resim 6. A: Otomatik zımpara cihazı, B: Ultrasonik makine

3.1.2. PEEK Örneklerine Uygulanan Yüzey İşlemleri

Hazırlanan 114 adet örnek yüzey işlemlerine göre aşağıdaki gibi rastgele 10 ayrı gruba ayrıldı (n=11).

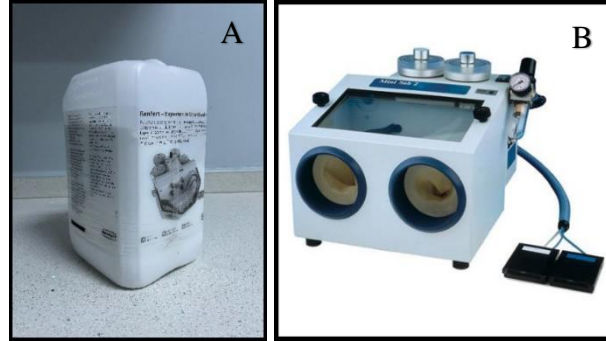
1. grup; Yüzey işlemi uygulanmayan (Kontrol grubu)
2. grup; 50 μm Al_2O_3 partikülleri ile kumlama
3. grup; 50 μm Al_2O_3 partikülleri ile kumlama + metal primer
4. grup; 50 μm Al_2O_3 partikülleri ile kumlama + seramik primer
5. grup; Ultrahızlı fiber lazer ile pürüzlendirme (5W, 1 mj, 40 kHz)
6. grup; Ultrahızlı fiber lazer ile pürüzlendirme (5W, 1 mj, 40 kHz) + metal primer
7. grup; Ultrahızlı fiber lazer ile pürüzlendirme (5W, 1 mj, 40 kHz) + seramik primer
8. grup; Er, Cr: YsGG lazer sistemi ile pürüzlendirme (3W, 20 Hz)
9. grup; Er, Cr: YsGG lazer sistemi ile pürüzlendirme (3W, 20 Hz) + metal primer
10. grup; Er, Cr: YsGG lazer sistemi ile pürüzlendirme (3W, 20 Hz) + seramik primer

1. Grup (Kontrol): Kontrol grubundaki örneklere zımparalama sonrası herhangi bir yüzey işlemi uygulanmadı (Resim 7).

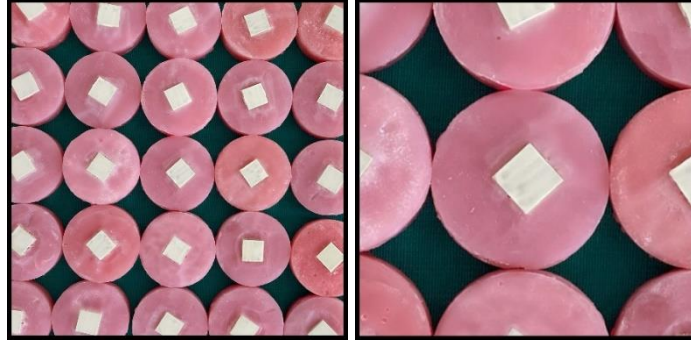


Resim 7. Yüzey işlemi uygulanmamış örnekler

2. Grup (Kumlama): Örneklerin yüzeyine partikül boyutu 50 μm olan Al_2O_3 partikülleri (Renfert Cobra; Hilzingen, Almanya) ile kumlama cihazında (Sandy 2; Carlo De Giorgi S.R.L, Italy) 4 bar (0,4 MPa) basınçla yaklaşık 10 mm uzaklıktan 10 sn süreyle kumlama uygulandı (Resim 8.A-B). Kumlama işlemi aynı araştırmacı tarafından dikey yönde tüm yüzey taranacak şekilde uygulandı (Resim 9).



Resim 8. A: Al_2O_3 kum paketi B: Kumlama cihazı



Resim 9. Al₂O₃ Kumlama ile yüzeyi pürüzlendirilmiş örnekler

3. Grup (Kumlama + metal primer): Bu gruptaki PEEK örneklerle, 2.grup'taki örneklerle uygulanan işlemler uygulandı. İkinci grup örneklerden farklı olarak kumlama sonrasında üretici firmanın önerileri doğrultusunda tek kullanımlık fırça ile 15 sn süreyle tüm yüzeyin kaplandığına emin olana kadar metal primer (Alloy primer; Kuraray, Tokyo, Japonya) uygulandı (Resim 10). Sonrasında örnekler 5 sn boyunca hava ile kurutuldu.



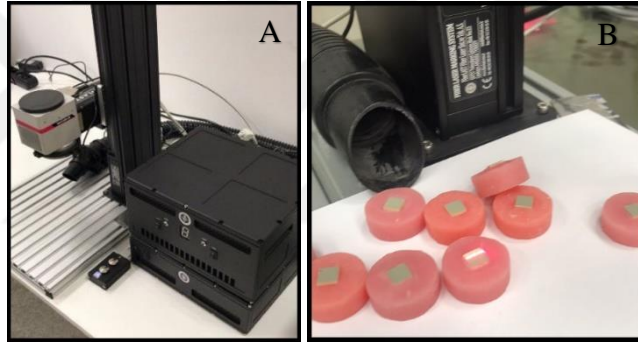
Resim 10. Metal primer uygulaması

4. Grup (Kumlama + seramik primer): Bu gruptaki PEEK örneklerle, 2.grup'taki örneklerle uygulanan işlemler uygulandı. İkinci grup örneklerden farklı olarak kumlama sonrasında 20 sn süreyle tüm yüzeyin kaplandığına emin olana kadar seramik primer (Clearfil Ceramic Primer Plus, Kuraray,Tokyo, Japan) uygulandı (Resim 11). Sonrasında örnekler 10 sn boyunca hava ile kurutuldu.



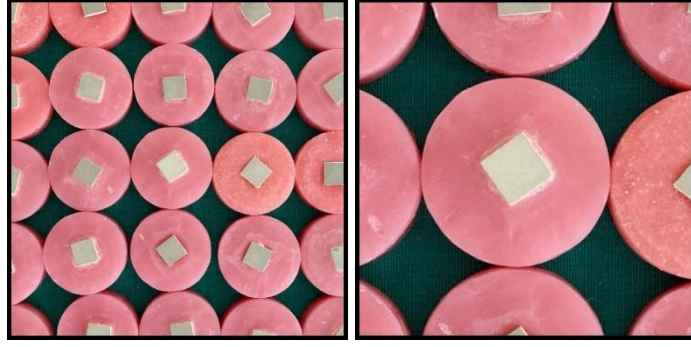
Resim 11. Seramik primer uygulaması

5. Grup (Ultrahızlı fiber lazer ile pürüzlendirme, 5W):Ultrahızlı fiber lazer uygulaması için 1064 nm dalga boylu Ytterbium (Yb) fiber lazer (FiberLAST; Inc. Ankara, Türkiye) sistem cihazı kullanıldı (Resim12.A).



Resim 12. A: Ultrahızlı fiber lazer sistem cihazı B: Ultrahızlı fiber lazer uygulanan örnekler

Lazer parametreleri; pulse enerjisi 1 mj, maksimum ortalama çıkış gücü 5W, tekrar frekansı 40 kHz, tarama sıklığı 0,03 mm, tarama hızı 500 mm/sn olarak ayarlandı (Resim 12.B). Tüm parametreler yazılım programına kaydedildi. PEEK örneklerin yüzeyinde yatay çizgiler olacak şekilde bir tur tarandı. Bu işlem ultrahızlı fiber lazer grubuna dahil olan tüm örneklere tek tek uygulandı (Resim 13).



Resim 13. Ultrahızlı fiber lazer ile yüzeyi pürüzlendirilmiş örnekler

6. Grup (Ultrahızlı fiber lazer ile pürüzlendirme, 5W + metal primer): Bu gruptaki PEEK örnekler, 5.grup'taki örnekler uygulanan işlemler uygulandı. Beşinci grup örneklerden farklı olarak ultrahızlı fiber lazer yüzey işlemi sonrasında tek kullanımlık fırça ile 15 sn süreyle tüm yüzeyin kaplandığına emin olana kadar metal primer (Alloy primer; Kuraray, Tokyo, Japonya) uygulandı. Sonrasında örnekler 5 sn boyunca hava ile kurutuldu.

7. Grup (Ultrahızlı fiber lazer ile pürüzlendirme, 5W + seramik primer): Bu gruptaki PEEK örnekler, 5.grup'taki örnekler uygulanan işlemler uygulandı. Beşinci grup örneklerden farklı olarak ultrahızlı fiber lazer yüzey işlemi sonrasında 20 sn süreyle tüm yüzeyin kaplandığına emin olana kadar seramik primer (Clearfil Ceramic Primer Plus, Kuraray, Tokyo, Japan) uygulandı. Sonrasında örnekler 10 sn boyunca hava ile kurutuldu.

8. Grup (Er, Cr: YsGG lazer sistemi ile pürüzlendirme, 3W): Örneklerin yüzeyi Er, Cr: YsGG lazer (Waterlase MD; Biolase Technology, California, ABD) ile pürüzlendirildi (Resim 14).



Resim 14. Er, Cr: YsGG lazer ile yüzeyi pürüzlendirme

Lazer uygulama işleminde çalışmamızdaki PEEK örneklerde kullanıma uygun olan MX5 Turbo lazer ucu seçildi. Lazer aleti ucu ile örnek arası mesafe yaklaşık 1 mm olarak ayarlanmaya çalışıldı. Lazer parametreleri; maksimum ortalama çıkış gücü 3W, tekrarlama hızı 20 Hz olarak ayarlandı. Lazerle pürüzlendirme işlemi tek bir kullanıcı tarafından cihazın handpiece'i yüzeye dik olacak şekilde tüm yüzey taranacak şekilde uygulandı (Resim 15).



Resim 15. Er, Cr: YsGG lazer ile yüzeyi pürüzlendirilmiş örnekler

9. Grup (Er, Cr: YsGG lazer sistemi ile pürüzlendirme, 3W + metal primer):

Bu gruptaki PEEK örneklerle, 8.grup'taki örneklerle uygulanan işlemler uygulandı. Sekizinci grup örneklerden farklı olarak Er, Cr: YsGG lazer yüzey işlemi sonrasında tek kullanımlık fırça ile 15 sn süreyle tüm yüzeyin kaplandığına emin olana kadar metal primer (Alloy primer; Kuraray, Tokyo, Japonya) uygulandı. Sonrasında örnekler 5 sn boyunca hava ile kurutuldu.

10. Grup (Er, Cr: YsGG lazer sistemi ile pürüzlendirme, 3W + seramik primer):

Bu gruptaki PEEK örneklerle, 8.grup'taki örneklerle uygulanan işlemler uygulandı. Sekizinci grup örneklerden farklı olarak Er, Cr: YsGG lazer yüzey işlemi sonrasında 20 sn süreyle tüm yüzeyin kaplandığına emin olana kadar seramik primer (Clearfil Ceramic Primer Plus, Kuraray, Tokyo, Japan) uygulandı. Sonrasında örnekler 10 sn boyunca hava ile kurutuldu.

3.1.3 Yüzey İşlemleri Sonrasında Yüzey Pürüzlülük Değerlerinin Ölçümü

Mekanik yüzey işlemleri (kumlama, ultrahızlı fiber lazer ile pürüzlendirme, Er, Cr: YsGG lazer ile pürüzlendirme) tamamlanan tüm PEEK alt yapı örnekleri, kimyasal yüzey işlemleri (metal primer, seramik primer) uygulanmadan önce ultrasonik makinede (Everest

Mekatronik; İstanbul, Türkiye) distile su ile 5'er dk. süreyle temizlendi ve hava spreyi ile kurutuldu. Tüm PEEK numunelerinin yüzey pürüzlülüğü Karadeniz Teknik Üniversitesi Makine Mühendisliği Fakültesi araştırma laboratuvarında bulunan profilometre cihazı (Marsurf Ps 10 Mobil; Mahr GmbH, Germany) kullanılarak incelendi (Resim 16).

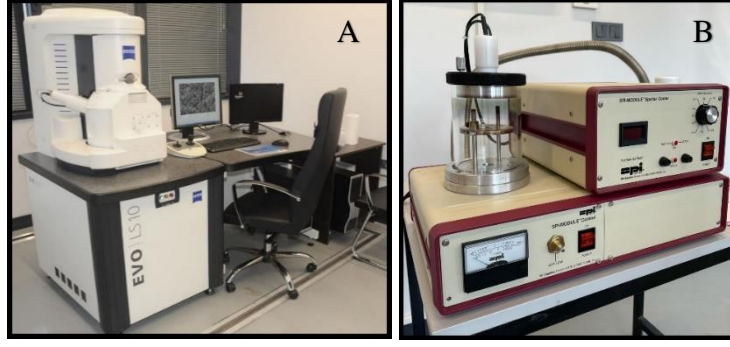


Resim 16. Profilometre cihazı

Çapı 2 mikron, açısı 90 derece olan elmas ölçüm ucu kullanıldı. Her numuneden bir yatay, bir dikey, bir çapraz toplam 3 ölçüm yapıldı. Her numuneden elde edilen değerlerin ortalamaları alınarak ortalama pürüzlülük değeri (Ra) hesaplandı.

3.1.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (TEM) Analizi

PEEK örnekler mekanik yüzey işlemleri uygulandıktan sonra her gruptan bir örnek TEM görüntüsü almak için belirlendi. TEM analizi Karadeniz Teknik Üniversitesi Merkez Araştırma Laboratuvarında bulunan (MERLAB) Taramalı Elektron Mikroskop (Carl Zeiss EVO LS 10, Carl Zeiss NTS, Germany) ile gerçekleştirildi. TEM analizi için alüminyum blok üzerine yerleştirilen örneklerin yüzeyi yaklaşık 180 sn boyunca iletken altın alaşımlı nano parçacıklarla (SPI-Module Sputter Coater, Structure Probe Inc., West Chester, PA) kaplandı. x250, x2000 büyütmelerde yüzey görüntüleri incelenerek kaydedildi (Resim 17).



Resim 17. A: SEM görüntüleme cihazı B: Altın kaplama cihazı

3.2 PEEK Örnekler Adezivin Uygulanması

Yüzey işlemi uygulanmamış kontrol grubu örneklerine ve yüzey işlemleri uygulanmış PEEK örneklerin her birine adeziv (Visio.Link, Bredent, Almanya) uygulandı (Resim 18).



Resim 18. Visio.link primer uygulaması

Visio. Link, PEEK örneklerin üzerine tek kullanımlık bir fırçayla üretici firmanın talimatlarına uygun olarak 5 sn. süreyle uygulandı. Hava ile kurutulduktan sonra 200 mw/cm²'lik bir ışık yoğunluğunda ve 390~490 nm dalga boyuna sahip laboratuvar tipi polimerizasyon ünitesinde (Lq-box; Rolence Enterprise Inc., Taiwan) 180 sn ışınladı (Resim 19).



Resim 19. Polimerizasyon ünitesi

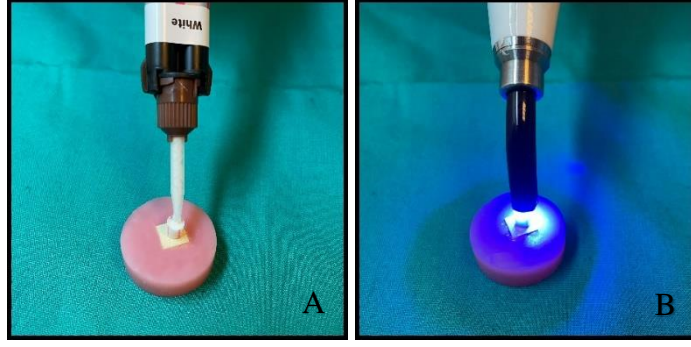
3.3 PEEK Örneklerle Rezin Siman Uygulanması

Self adeziv, dual cure rezin siman (Panavia SA Cement Plus; Kuraray, Osaka, Japonya), PEEK yüzeyinin ortasına yerleştirilmiş kalıp vasıtasıyla (4 mm çap x 5 mm yükseklik) uygulandı (Resim 20).



Resim 20. Panavia SA Cement Plus'ın görüntüsü

Kalıp, plastik içecek pipetlerinin belirtilen yüksekliklerde kesilmesi ile hazırlandı. Rezin siman üreticinin talimatlarına göre 20 sn LED ışık ünitesi ile (Woodpecker, Guangdong, China) polimerize edildi (Resim 21).



Resim 21.A: Pipet kalıp ile rezin siman uygulaması, B: Rezin simanın polimerizasyonu

3.4 Termal Yaşlandırma Uygulanması

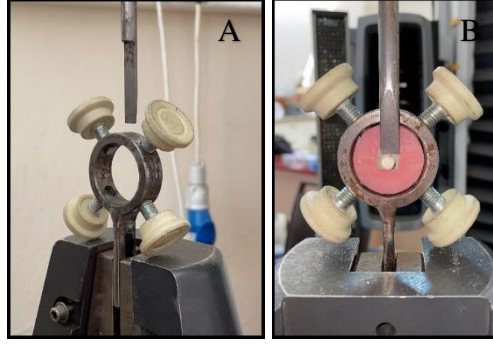
Termal yaşlandırma uygulanacak örneklere; 5-55°C su banyosunda 5000 devir boyunca distile su içerisinde 30 sn'lik bir bekleme süresi ve 5 sn'lik transfer süresi ile termal yaşlandırma işlemi yapıldı (Thermocycler THE-1100; Sd Mechatronik, Germany) (Resim 22).



Resim 22. Termal yaşlandırma işlemi

3.5 Bağlanma Dayanımı Ölçülmesi

Bağlanma dayanımı Instron Universal Test cihazı (Model 3343; Instron Corporation, Norwood, MA, ABD) kullanılarak yapıldı. Bağlanma dayanımı testi esnasında örneklerin sabit kalması için metal bir kalıp hazırlandı (Resim 23.A).



Resim 23. A: Hazırlanan metal kalıp ve bıçak B: Bağlanma dayanımı testi uygulaması

Kalıp cihaza yerleştirildi. Kesme işlemini yapacak olan test apereyinin ucu örneklerdeki rezin siman yüzeyiyle 90 derecelik bir açı yapacak şekilde yerleştirildi. Daha sonra PEEK ile rezin siman ara yüzeyine 1 mm/dk hızla kesme kuvveti uygulandı (Resim 23.B).

Kırılma sırasında meydana gelen kuvvet değeri Newton (N) olarak ölçüldü. Birim alana düşen yük miktarının saptanabilmesi için elde edilen kuvvetin bağlantı alanına (10,63 mm²) bölünmesi ile MPa olarak hesaplandı.

$$\text{Kesme (Shear) direnci (MPa)} = \text{Yük (N)} / \text{Alan (mm}^2\text{)}$$

$$\text{Alan(mm}^2\text{)} = \pi \times r^2$$

$$r = \text{Bağlanma yüzeyinin yarı çapı}$$

3.6. Kırılma Şekillerinin İncelenmesi

Tüm örneklerin kırılma deneyi sonrasındaki kırılma şekilleri 40x büyütmede steromikroskopta (Leika MZ12, Bensheim, Almanya) incelendi (Resim 24).



Resim 24. Çalışmamızda kullanılan stereomikroskop

Kırılma şekilleri; rezin simanın tamamen kendi içinde kırıldığı koheziv kırılma, rezin simanın PEEK alt yapıdan tamamen ayrıldığı adeziv kırılma ve her iki kırılma tipinin beraber görüldüğü miks kırılma (adeziv+koheziv) olarak 3 gruba ayrılarak incelendi.

3.7 Taramalı Elektron Mikroskop (TEM) ve Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS) Analizi

Örneklerin kırılması sonrası TEM analizleri Karadeniz Teknik Üniversitesi Merkez Araştırma Laboratuvarında bulunan Taramalı Elektron Mikroskobu (Carl Zeiss EVO LS 10, Carl Zeiss NTS, Germany) ile yapıldı. Örneklerin iletkenliğini sağlamak için yüzeyler kaplama cihazı kullanılarak (SPI-Module Sputter Coater, Structure Probe Inc., West Chester, U.S.A.) yaklaşık 180 sn boyunca altın alaşımı ile kaplandı. TEM analizi her gruptan kırılma tiplerine göre birer örneğe uygulandı. Farklı pürüzlendirme işlemlerine tabi tutulan PEEK materyalinin yüzey pürüzlülüğünü değerlendirmek ve bağlanma dayanımı tespitinden sonra kopma yüzeylerini incelemek için TEM analizi yapıldı. Sonrasında örnekler Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı'nda Enerji Dağılım Spektrometresi cihazı (JEOL, JSM-6610, Akishima, Japonya) ile EDS analizi yapıldı (Resim 25).



Resim 25. EDS analizi

3.8 İstatistiksel Analiz

İstatistiksel değerlendirmede SPSS (Statistical Package for the Social Sciences) ve Windows 17.0 (SPSS Inc., Chicago IL, ABD) paket programı kullanıldı. Verilerin normal dağılıma uygunluğu Shapiro Wilk testi ile değerlendirildi. Gruplar arası karşılaştırmalarda tek yönlü ANOVA testi ve Tukey'in post hoc testleri kullanıldı. Tüm analizlerde $p < 0,05$ düzeyi istatistiksel olarak anlamlı kabul edildi.

4. BULGULAR

4.1. Yüzey Pürüzlülüğü Bulguları

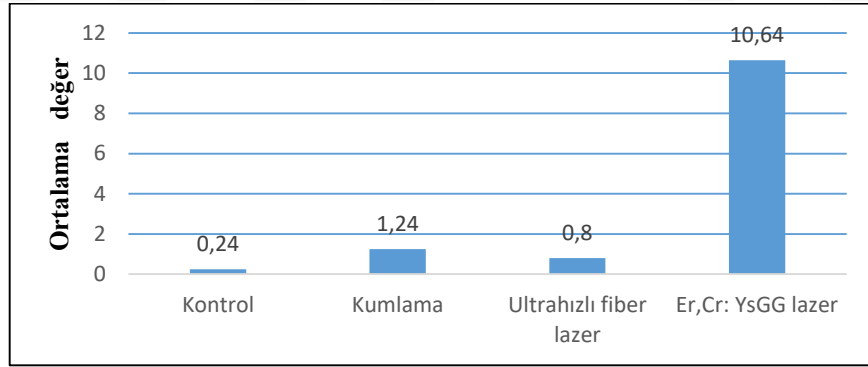
PEEK örnekler farklı yüzey uygulamalarından sonra, örneklerin yüzey pürüzlülüğü değerleri (Ra), profilometre cihazı ile ‘ μm ’ biriminde ölçüldü. Yapılan ölçümler sonucu elde edilen ortalama yüzey pürüzlülüğü değerleri ve standart sapmaları Tablo 4’de gösterildi.

Tablo 4. Yüzey pürüzlülük değerleri (μm)

Gruplar (N=11)	Ort $\pm$ Ss
Kontrol	0,24 $\pm$ 0,02 ^a
Kumlama	1,24 $\pm$ 0,03 ^b
Ultrahızlı fiber lazer	0,80 $\pm$ 0,04 ^c
Er,Cr: YsGG lazer	10,64 $\pm$ 0,71 ^d

*Gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılıklar vardır.
(a-b, a-d, b-d, c-d için $p<0.001$ ve a-c, b-c, için $p<0.05$).
Ort: Ortalama, Ss: Standart Sapma

Yüzey pürüzlülük değerleri grafiksel olarak Şekil 2’de gösterilmiştir.



Şekil 2. Yüzey pürüzlülüğü değerleri (μm)

Ortalama yüzey pürüzlülüğü değerleri ve standart sapmaları sırasıyla kontrol grubu için 0,24 $\pm$ 0,02 μm , kumlama grubu için 1,24 $\pm$ 0,03 μm , ultrahızlı fiber lazer grubu için 0,8 $\pm$ 0,04 μm ve Er,Cr: YsGG lazer grubu için 10,64 $\pm$ 0,71 μm olarak tespit edildi (Tablo 4).

Yüzey pürüzlülüğü ortalaması bakımından gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık tespit edildi ($p<0,001$). Yüzey pürüzlülüğü değerleri incelendiğinde en yüksek ortalama yüzey pürüzlülüğü değeri Er, Cr: YsGG lazer grubunda (10,64 μm), en düşük değer ise yüzey işlemi uygulanmayan kontrol grubunda (0,24 μm) tespit edildi.

Kontrol grubu ile kıyaslandığında kumlama, ultrahızlı fiber lazer ve Er, Cr: YsGG lazer grubunun yüzey pürüzlülüğü ortalaması istatistiksel olarak anlamlı farklılık tespit edildi ($p<0,005$). Kontrol grubunun yüzey pürüzlülüğü değeri kumlama, ultrahızlı fiber lazer ve Er, Cr: YsGG lazer grubunun yüzey pürüzlülüğü değerine göre istatistiksel olarak anlamlı şekilde daha düşüktür. Er, Cr: YsGG lazer grubunun yüzey pürüzlülüğü değeri, kumlama ve ultrahızlı fiber lazer gruplarının yüzey pürüzlülüğü değerine göre istatistiksel olarak anlamlı şekilde daha yüksektir ($p<0,001$). Ultrahızlı fiber lazer grubunun yüzey pürüzlülüğü değeri kontrol grubuna göre istatistiksel olarak anlamlı şekilde daha yüksek, kumlama grubuna göre istatistiksel olarak anlamlı şekilde daha düşük tespit edilmiştir ($p<0,005$).

4.2. Makaslama Bağlanma Dayanım Testi Bulguları

PEEK örneklerle uygulanan farklı yüzey işlemlerinin, metal primer ve seramik primer uygulamalarının sonucu rezin siman ile olan bağlanma kuvveti Newton cinsinden kaydedildi. Elde edilen bu değerler yapışma yüzeyinin alanı olan 10,63 mm²'ye bölünerek MPa'ya çevrilmiştir. Test edilen gruplarda veriler normal dağılım gösterdiğinden tek yönlü varyans analizi (ANOVA) ile değerlendirilirken ikili karşılaştırmalarda Tukey'in post hoc testi kullanıldı. Ortalama makaslama bağlanma değerleri ve standart sapmaları Tablo 5' te gösterildi.

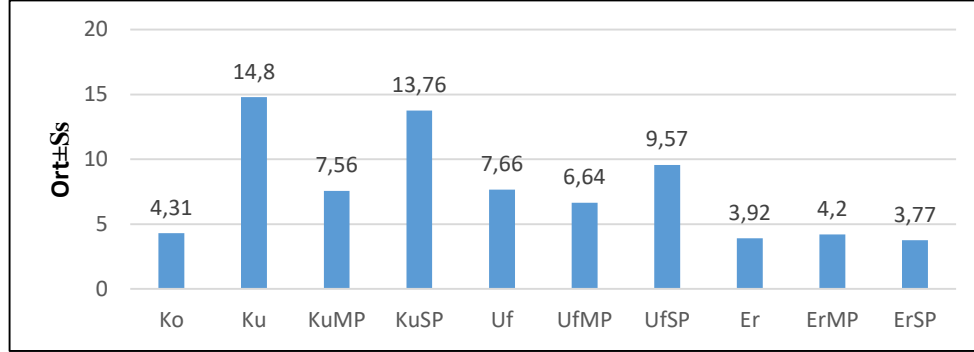
Tablo 5. Makaslama bağlantı değerleri (MPa)

Grup kısaltmaları	Gruplar (N=11)	Ort±Ss
Ko	Kontrol	4,31±0,38 ^a
Ku	Kumlama	14,80±4,56 ^b
KuMP	Kumlama+metal primer	7,56±2,69 ^c
KuSP	Kumlama+seramik primer	13,76±2,11 ^d
Uf	Ultrahızlı fiber lazer	7,66±1,5 ^e
UfMP	Ultrahızlı fiber lazer+ metal primer	6,64±1,05 ^f
UfSP	Ultrahızlı fiber lazer+seramik primer	9,57±2,45 ^g
Er	Er, Cr: YsGG lazer	3,92±0,94 ^h
ErMP	Er, Cr: YsGG lazer+metal primer	4,2±0,91 ⁱ
ErSP	Er, Cr: YsGG lazer+seramik primer	3,77±0,84 ⁱ

*Gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılık vardır. (*a-b, a-d, a-g, b-c, b-e, b-f, b-g, b-h, b-i, c-d, d-e, d-f, d-g, d-h, d-i, g-h, g-i, g-i için $p<0.001$ ve a-c, a-e, c-h, c-i, e-h, e-i, e-i, f-g için $p<0.05$*). Diğer ikili karşılaştırmalar arasında fark yoktur ($p>0,05$).

*Ort: Ortalama, Ss: Standart Sapma

Ortalama makaslama bağlanma değerleri ve standart sapmaları grafiksel olarak Şekil 3’de gösterilmiştir.



Şekil 3. Makaslama bağlanma değerleri (MPa)

Tablo 6. Makaslama bağlantı testi tek yönlü ANOVA tablosu

	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	1598,389	9	177,599	39,833	0,000
Within Groups	445,863	100	4,459		
Total	2044,252	109			

Tablo 6’da tek yönlü ANOVA testinden elde edilen bulgulara göre gruplar arasında istatistiksel olarak anlamlı farklılıklar tespit edilmiştir ($p<0,001$).

Çalışmamızda ortalama bağlanma dayanımı değerleri ve standart sapmaları sırasıyla kontrol (Ko) grubu için $4,31\pm0,38$ MPa, kumlama (Ku) grubu için $14,80\pm4,56$ MPa, kumlama + metal primer (KuMP) grubu için $7,56\pm2,69$ MPa, kumlama + seramik primer (KuSP) grubu için $13,76\pm2,11$ MPa, ultrahızlı fiber lazer (Uf) grubu için $7,66\pm1,5$ MPa, ultrahızlı fiber lazer + metal primer (UfMP) grubu için $6,64\pm1,05$ MPa, ultrahızlı fiber lazer + seramik primer (UfSP) grubu için $9,57\pm2,45$ MPa, Er, Cr: YsGG lazer (Er) grubu için $3,92\pm0,94$ MPa, Er, Cr: YsGG lazer + metal primer (ErMP) grubu için $4,2\pm0,91$ MPa, Er, Cr: YsGG lazer + seramik primer (ErSP) grubu için $3,77\pm0,84$ MPa olarak tespit edildi.

Rakamsal olarak en düşük bağlanma dayanımı değeri ErSP grubunda ($3,77\pm0,84$ MPa), en yüksek bağlanma dayanımı değeri ise Ku grubunda ($14,80\pm4,56$ MPa) tespit edildi.

Ko grubunun bağlanma dayanımı değeri; Ku, KuSP, UfSP gruplarının bağlanma dayanımı değerlerine göre istatistiksel olarak anlamlı olacak şekilde düşük tespit edildi.

($p < 0,001$). KuMP ve Uf gruplarının bağlanma dayanımı değerleri Ko grubuna göre istatistiksel olarak anlamlı olacak şekilde yüksek bulunmuştur ($p < 0,05$). Ko grubunun bağlanma dayanımı değerinin; Er, ErSP, ErMP gruplarının bağlanma dayanımı değerlerine göre yüksek olduğu görülse de bu farklılığın istatistiksel olarak anlamlı olmadığı tespit edildi ($p > 0,05$). Yine Ku grubunun bağlanma dayanımı değeri; KuSP grubuna göre yüksek olduğu izlense de bu farklılığın istatistiksel olarak anlamlı olmadığı tespit edildi ($p > 0,05$). Fakat Ku grubunun bağlanma dayanım değerinin diğer tüm gruplardan (KuSP hariç) istatistiksel olarak anlamlı olacak şekilde yüksek tespit edildiği görülmüştür ($p < 0,001$). KuMP grubunun bağlanma dayanımı değeri; Er, ErMP, ErSP gruplarının bağlanma dayanımı değerlerine göre istatistiksel olarak anlamlı olacak şekilde yüksek tespit edildi ($p < 0,05$). KuMP grubunun bağlanma dayanımı değeri ile Uf, UfMP, UfSP gruplarının bağlanma dayanımı değerleri arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark tespit edilmedi ($p > 0,05$). KuSP grubunun bağlanma dayanımı değeri; Ku grubu hariç tüm gruplardan istatistiksel olarak anlamlı olacak şekilde yüksek tespit edildi ($p < 0,001$). Uf grubunun bağlanma dayanımı değeri ile UfMP ve UfSP arasında istatistiksel olarak anlamlı bir fark yokken ($p > 0,05$), UfSP grubunun bağlanma dayanımı değeri UfMP'ye göre istatistiksel olarak anlamlı olacak şekilde yüksek tespit edildi ($p > 0,05$). Yine Uf ve UfSP gruplarının bağlanma dayanımı değerleri Er, ErMP, ErSP gruplarının bağlanma dayanımı değerlerine göre istatistiksel olarak anlamlı olacak şekilde yüksek tespit edildi. UfMP grubunun bağlanma dayanımı değeri; Er, ErMP, ErSP, Ko gruplarının bağlanma dayanımı değerlerine göre daha yüksek olduğu izlense de bu farklılığın istatistiksel olarak anlamlı olmadığı tespit edildi ($p > 0,05$). Er, ErMP ve ErSP gruplarının bağlanma dayanımı değerleri birbirinden farklı olsa da, bağlanma dayanımı ortalamaları karşılaştırıldığında istatistiksel olarak arada anlamlı farklılık olmadığı izlendi ($p > 0,05$).

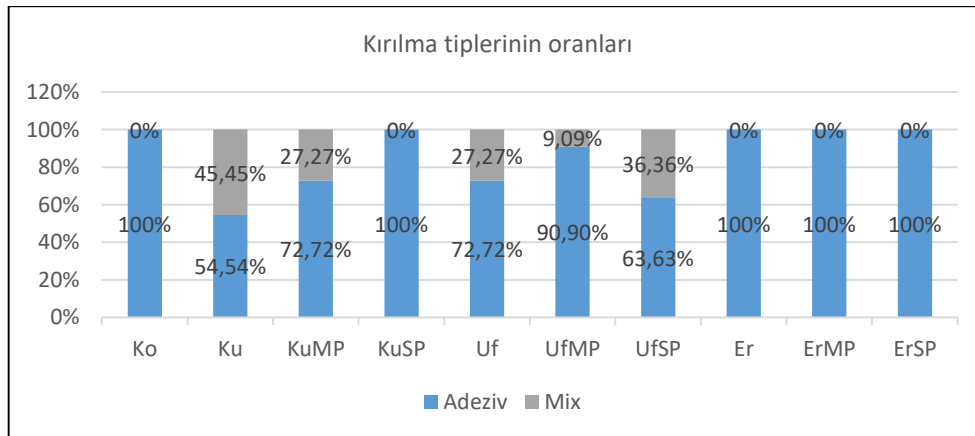
4.3. Kırılma Tipi Bulguları

Tüm örneklerin kırılma tipleri stereomikroskopta incelendi ve koheziv tip başarısızlık (rezin simanın tamamen kendi içinde ayrıldığı kırılma), adeziv tip başarısızlık (rezin simanın, PEEK'ten tamamen ayrıldığı kırılma) ve miks tip başarısızlık (adeziv+koheziv) olarak değerlendirildi. Örneklerin kırılma tiplerinin sonuçları Tablo 7'de verildi.

Tablo 7. Gruplardaki örneklerin kırılma tipleri

Grup kısaltmaları	Gruplar (N=11)	Adeziv	Koheziv	Mix
Ko	1.Kontrol	11	0	0
Ku	2.Kumlama	6	0	5
KuMP	3.Kumlama+metal primer	8	0	3
KuSP	4.Kumlama+seramik primer	11	0	0
Uf	5.Ultrahızlı fiber lazer	8	0	3
UfMP	6.Ultrahızlı fiber lazer+metal primer	10	0	1
UfSP	7.Ultrahızlı fiber lazer+seramik primer	7	0	4
Er	8.Er, Cr lazer	11	0	0
ErMP	9.Er, Cr lazer+metal primer	11	0	0
ErSP	10.Er, Cr lazer+seramik primer	11	0	0

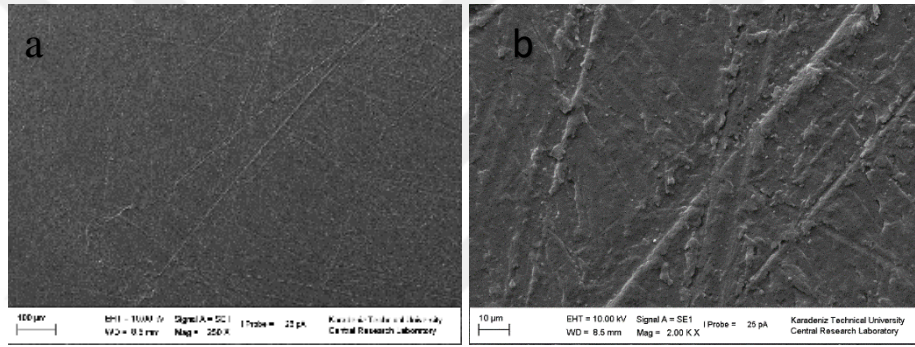
Ko, KuSP, Er, ErMP, ErSP gruplarının kırılan örnekleri incelendiğinde % 100 oranında adeziv tip kırılma olduğu izlendi. Ku grubunun kırılan örnekleri incelendiğinde % 54,54 oranında adeziv tip kırılma, % 45,45 oranında mix tip kırılma olduğu tespit edildi. KuMP ve Uf gruplarının kırılan örnekleri % 72,72 oranında adeziv tip kırılma, % 27,27 oranında mix tip kırılma gösterdi. UfSP grubunun kırılan örnekleri incelendiğinde ise % 63,63 oranında adeziv tip kırılma, % 36,36 oranında mix tip kırılma olduğu tespit edildi. Son olarak UfMP grubunun kırılan örnekleri % 90,90 oranında adeziv tip kırılma, % 9,09 oranında mix tip kırılma gösterdi (Şekil 4).

**Şekil 4.** Gruplardaki örneklerin kırılma tiplerinin oranları (%)

4.4. Yüzey işlemleri yapılan örneklerin Taramalı Elektron Mikroskop (TEM) Bulguları

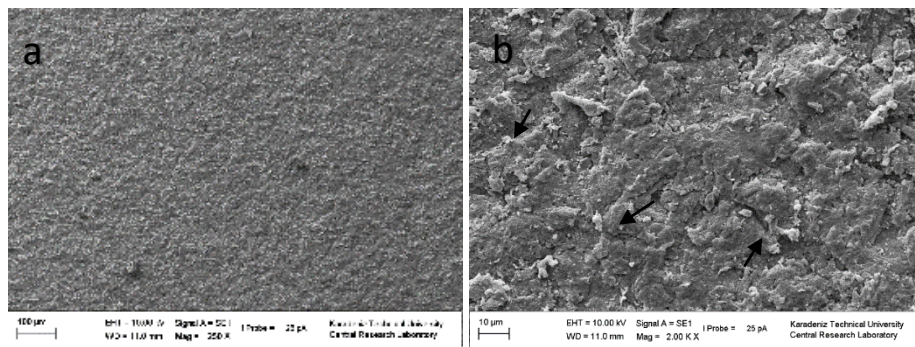
Farklı yüzey işlemlerinin uygulandığı PEEK örneklerin, yüzey topoğrafilerinin değerlendirilmesi amacıyla, tüm yüzey işlem gruplarından pürüzlülük sonuçlarına göre ortalamaya en yakın birer örnek seçildi. PEEK materyali iletken olmadığı için incelenecek her bir örnek yüzeyi altın kaplama cihazında kaplandı ve 20 Kv' da inceleme yapıldı. TEM cihazındaki görüntüler x250, x2000 büyütmelerde incelenmiştir. Bu örneklerle ait TEM görüntüleri sunulmuştur.

Kontrol grubuna ait örnek yüzeyine hiçbir yüzey işlem uygulaması yapılmadığından, TEM analizinde, bazı küçük çizikler gözlenmiş olmasına rağmen, pürüzsüze yakın düzenli bir yüzey morfolojisi gözlemlendi (Resim 26).



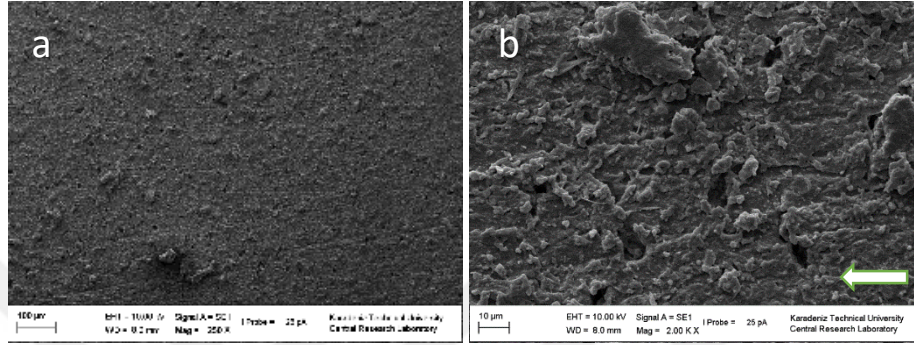
Resim 26. Kontrol grubunun TEM görüntüleri, a. x250 büyütme, b. x2000 büyütme

Kumlama uygulanan örneğin TEM görüntüleri incelendiğinde örnek yüzeyinde daha girintili çıkıntılı bir yapı ve sık gözenekler izlendi. Kontrol grubuna kıyasla mikromekanik olarak daha pürüzlü, daha büyük oluklara sahip düzensiz ancak homojen bir yüzey gözlemlendi. Kumlamada kullanılan Al_2O_3 partiküllerinin oluklara gömüldüğü izlendi (Resim 27).



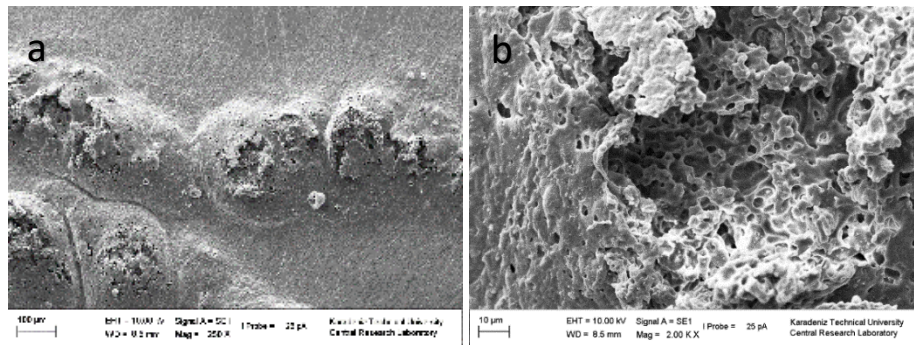
Resim 27. Kumlama grubunun TEM görüntüleri, a. x250 büyütme, b. x2000 büyütme

Ultrahızlı fiber lazer uygulanmış örnek yüzeyinin TEM görüntülerinde diğer gruplardan farklı olarak düzenli dağılmış derin çukurlar izlendi. Çukurların etrafında bulunan, lazerden kısmen etkilenmiş düz alanlarda mikrotepeciklere rastlandı. Ultrahızlı fiber lazer atışlarının örnek yüzeyinde denk geldiği kısımlar, yüzeyde derin çukurların oluşmasına neden olmuştur (Resim 28).



Resim 28. Ultrahızlı fiber lazer grubunun TEM görüntüleri, a. x250 büyütme, b. x2000 büyütme

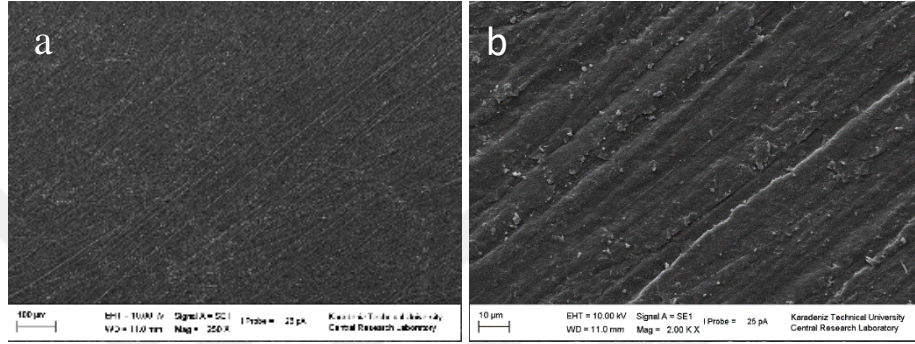
Er, Cr: YsGG lazer uygulanmış örnek yüzeyinin TEM görüntülerinde, diğer gruplardan farklı olarak yüzeyde düzensiz, homojen olmayan, hem yapısı bozulmamış alanlar hem de kabarcık şeklinde alanlar gözlemlendi. Atışın denk geldiği bölgede kabarcık şekillerin üzerinde kreterimsi alanlar izlendi. Bu alanlarla birlikte makroretantif yüzeyler x2000 büyütmede daha net olarak görülmektedir (Resim 29). Ayrıca yine diğer gruplardan farklı olarak yüzeyde belirgin yükseklik ve alçaklıklardan oluşan kreterimsi alanlar arasında ciddi derinlik farkı gözlemlendi. Bu durum bize diğer yüzey pürüzlendirme yöntemleri ile karşılaştırıldığında daha fazla pürüzlülüğünün oluşabileceğini işaret etmektedir.



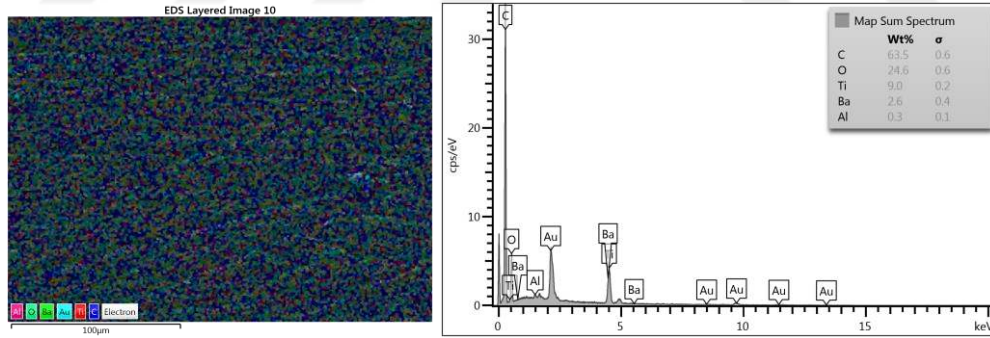
Resim 29. Er, Cr: YsGG lazer grubunun TEM görüntüleri, a. x250 büyütme, b. x2000 büyütme

4.5. Makaslama Bağlantı Deneyi Testi Sonrası Örneklerinin Kırılma Yüzeylerinin Taramalı Elektron Mikroskop (TEM) ve Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS) Analizi

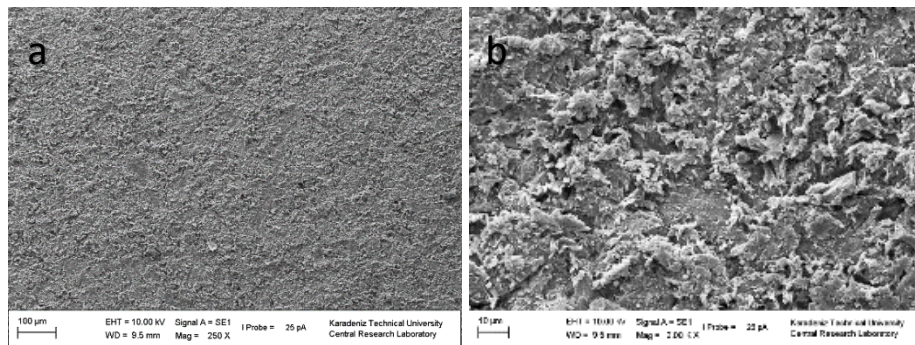
Makaslama bağlantı testinden sonra örneklerin yüzeylerinde oluşan kırılma bölgeleri üzerinde yapılan incelemede elde edilen TEM görüntüleri ve EDS analizleri doğrultusunda yüzeylerde genellikle adeziv tip kırılmalar meydana geldiği tespit edildi.



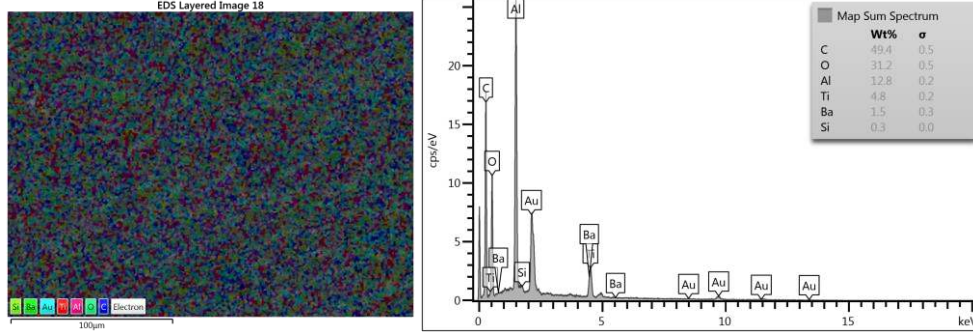
Resim 30. Kontrol grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)



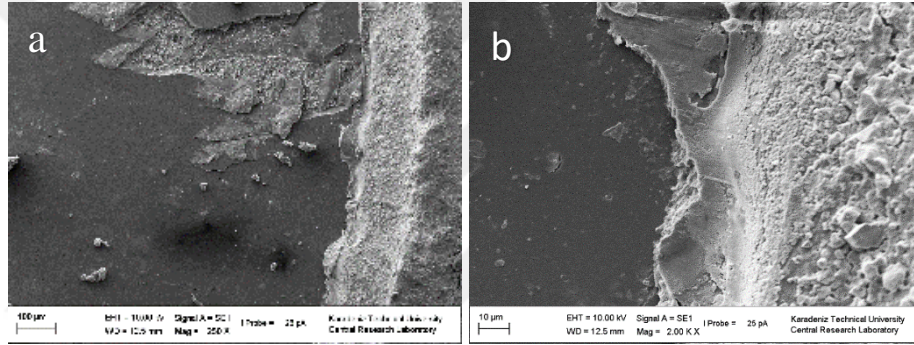
Resim 31. Kontrol grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları



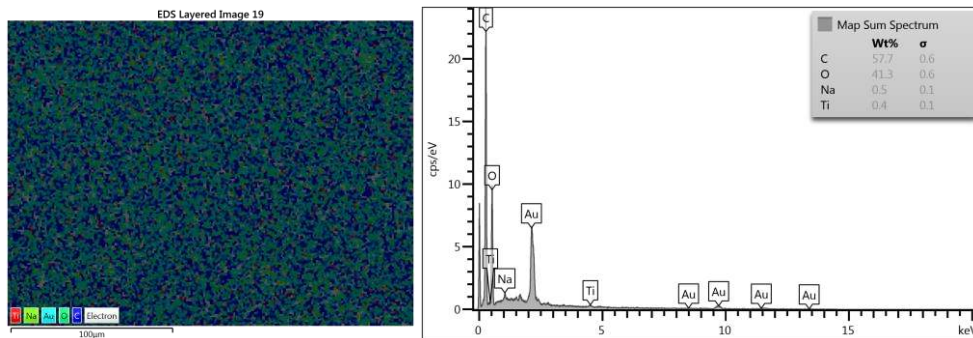
Resim 32. Kumlama grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)



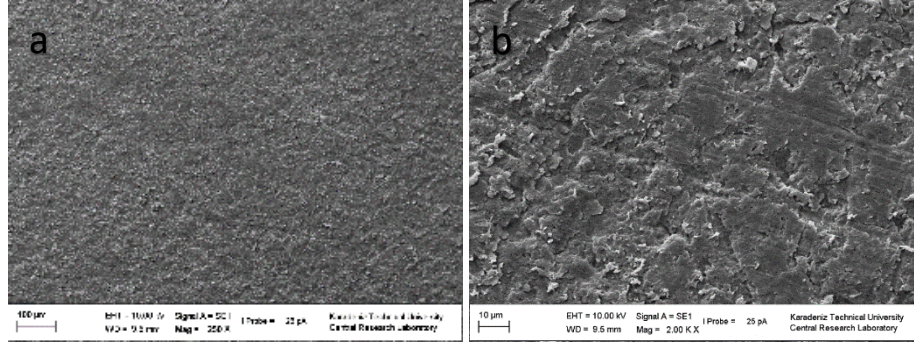
Resim 33. Kumlama grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları



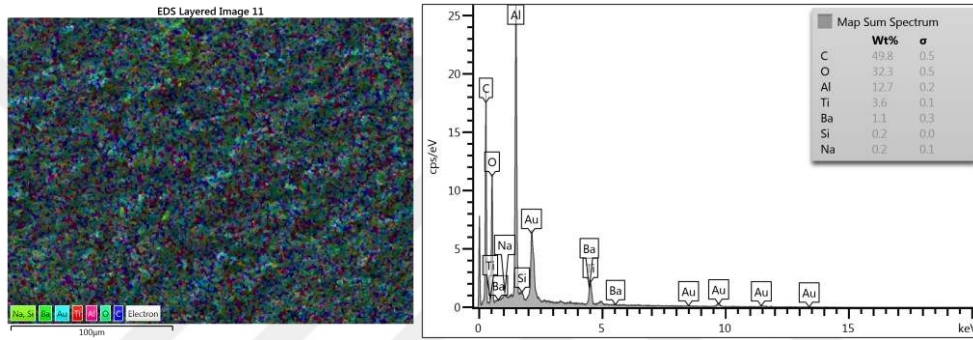
Resim 34. Kumlama grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (mix)



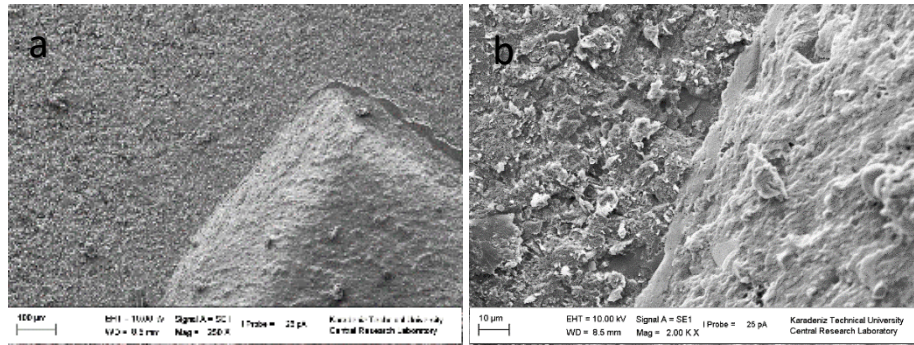
Resim 35. Kumlama grubunun mix tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları



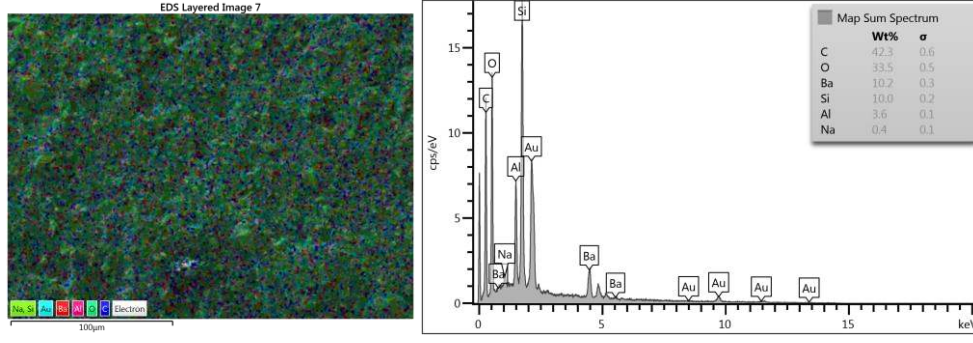
Resim 36. Kumlama+metal primer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)



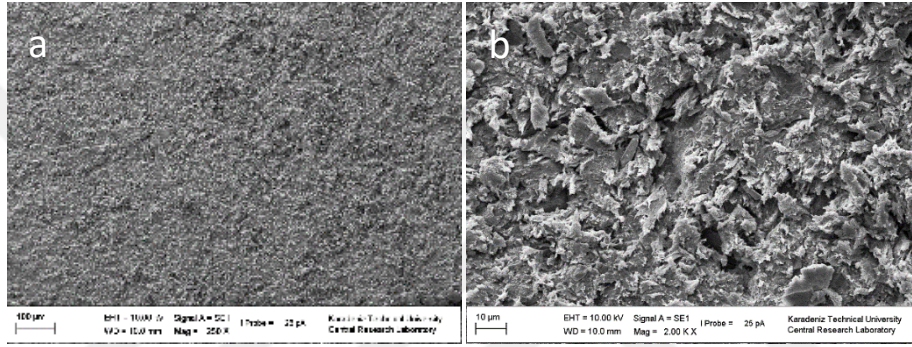
Resim 37. Kumlama+metal primer grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları



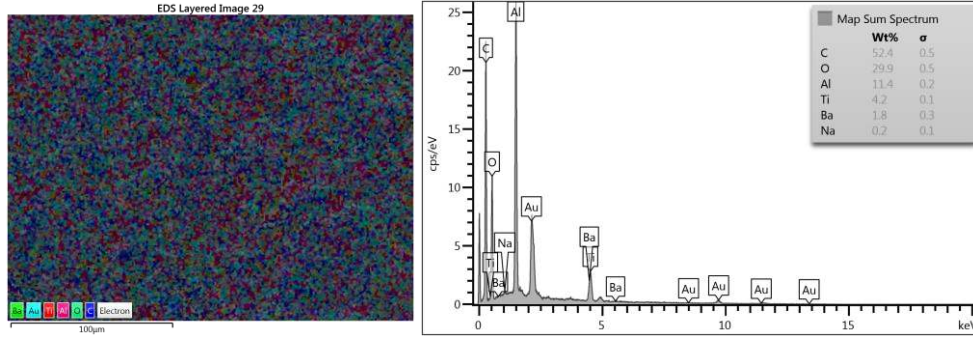
Resim 38. Kumlama+metal primer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (mix)



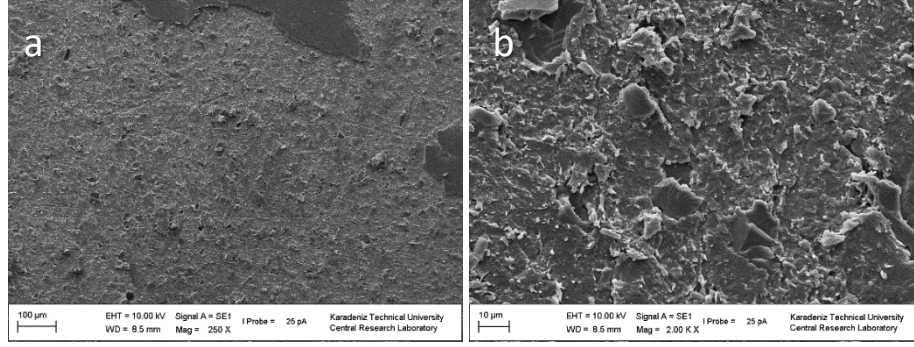
Resim 39. Kumlama+metal primer grubunun mix tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları



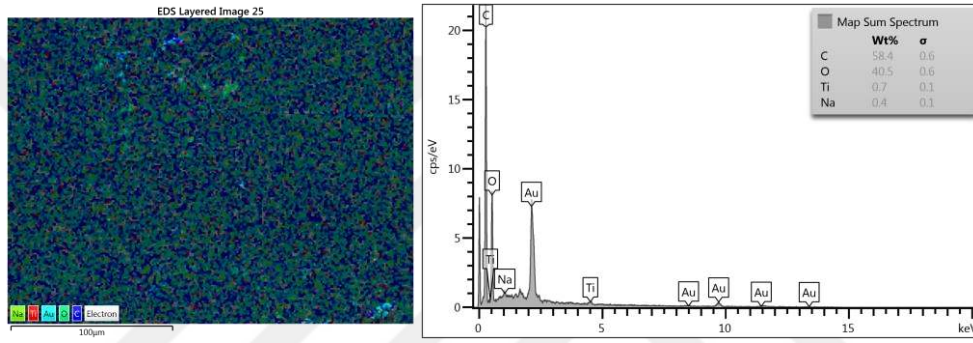
Resim 40. Kumlama+seramik primer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)



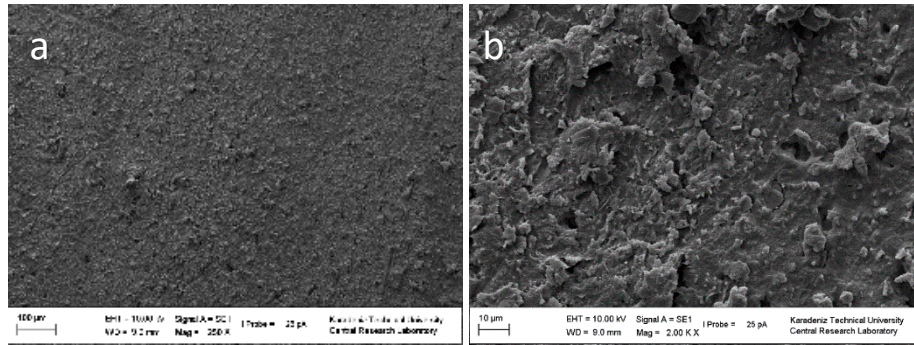
Resim 41. Kumlama+seramik primer grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları



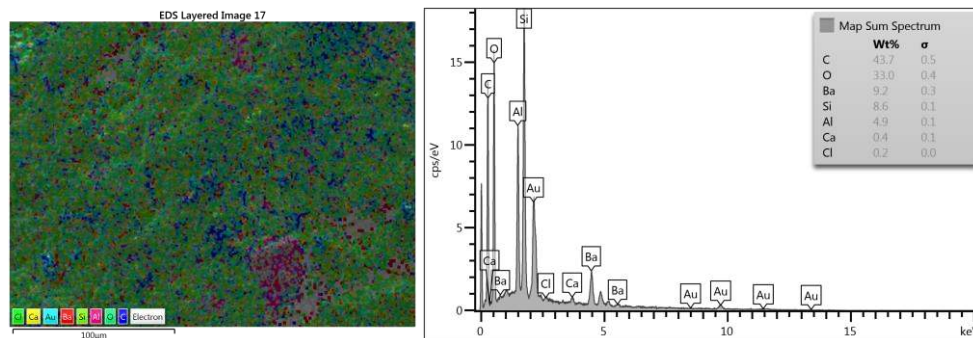
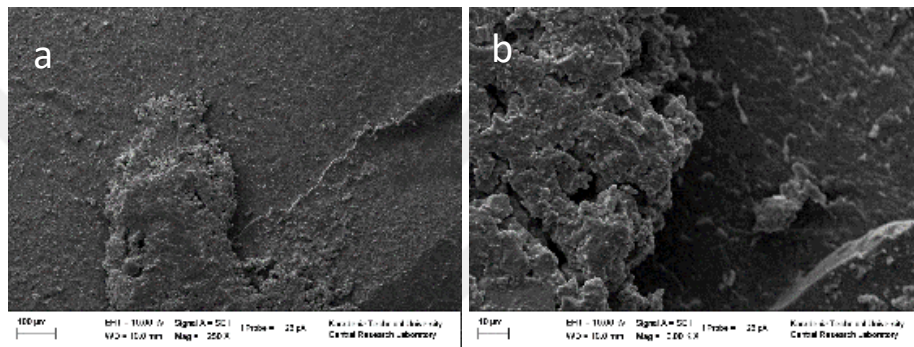
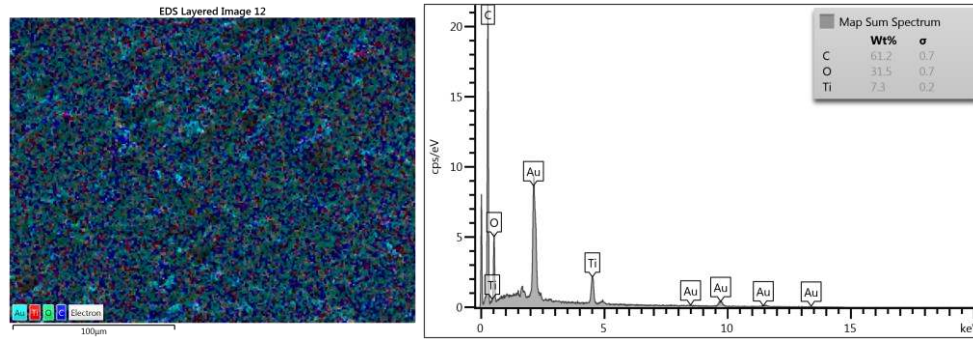
Resim 42. Ultrahızlı fiber lazer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)

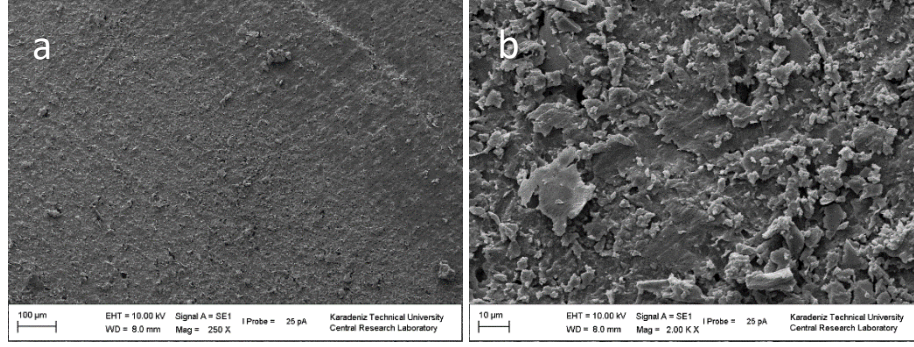


Resim 43. Ultrahızlı fiber lazer grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları

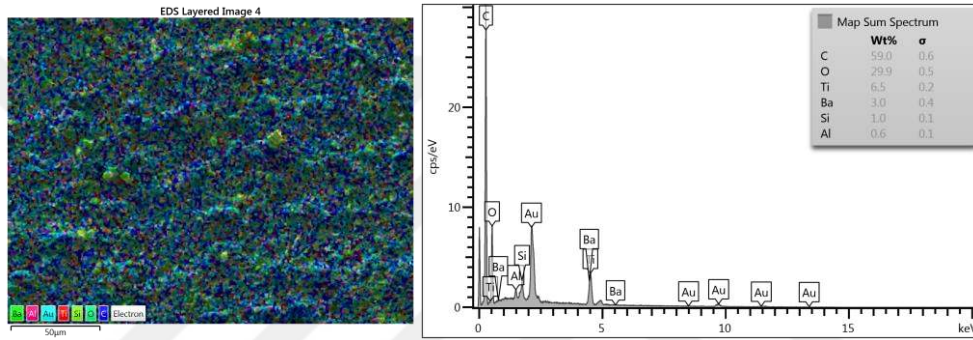


Resim 44. Ultrahızlı fiber lazer+metal primer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)

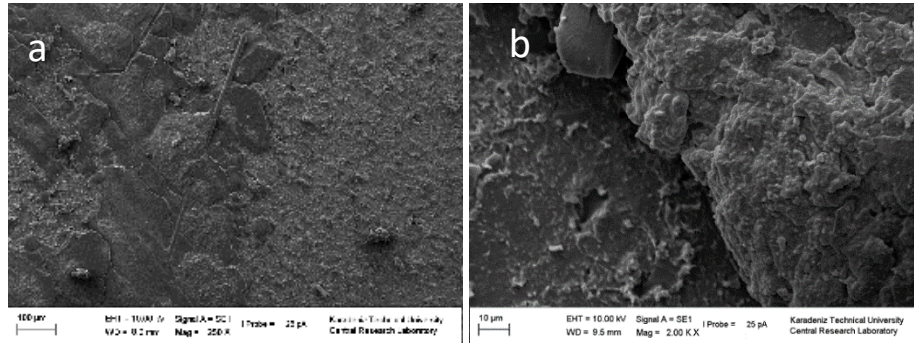




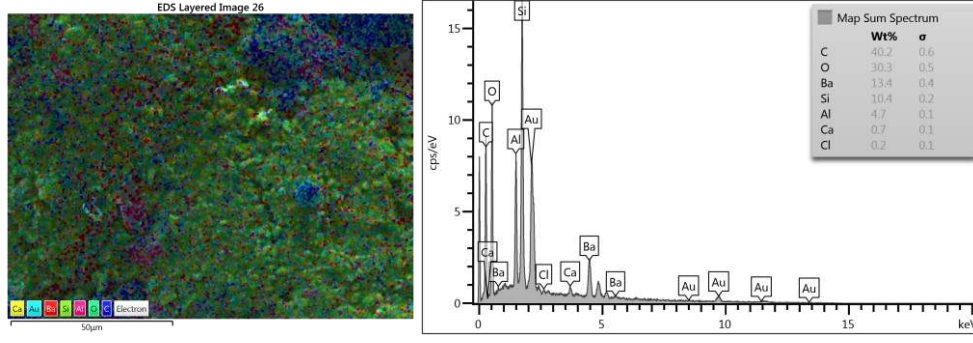
Resim 48. Ultrahızlı fiber lazer+seramik primer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)



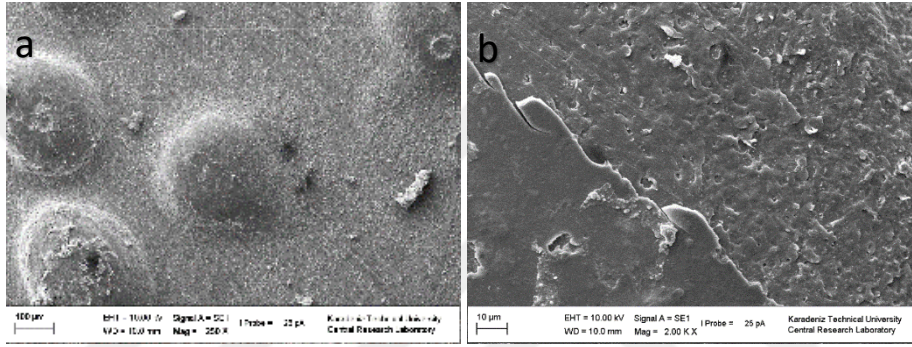
Resim 49. Ultrahızlı fiber lazer+seramik primer grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları



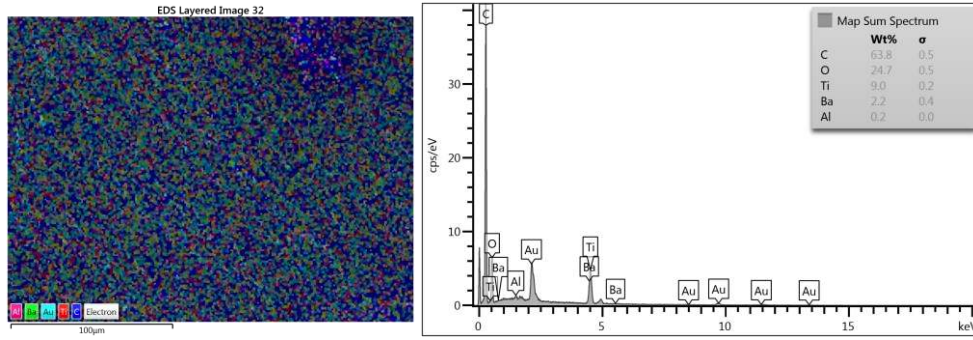
Resim 50. Ultrahızlı fiber lazer+seramik primer grubunun tip kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (mix)



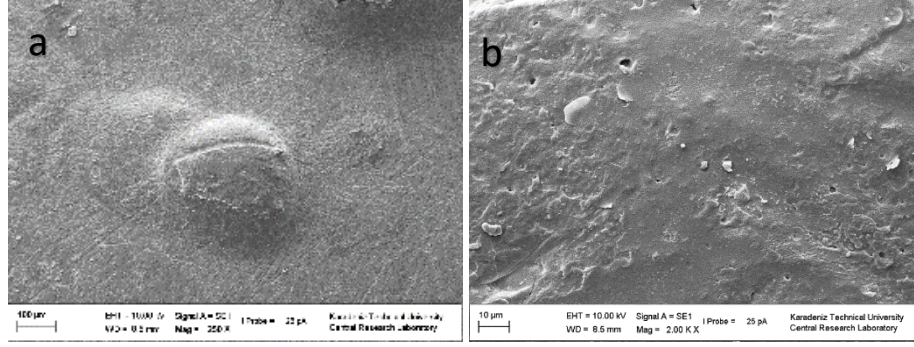
Resim 51. Ultrahızlı fiber lazer+seramik primer grubunun mix tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları



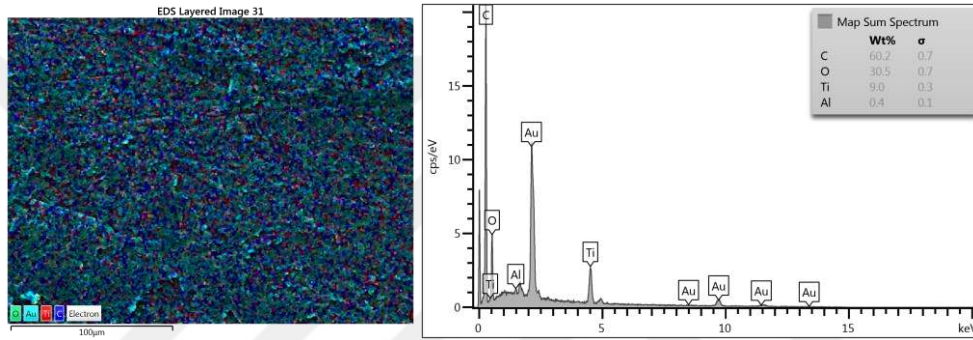
Resim 52. Er, Cr: YsGG lazer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)



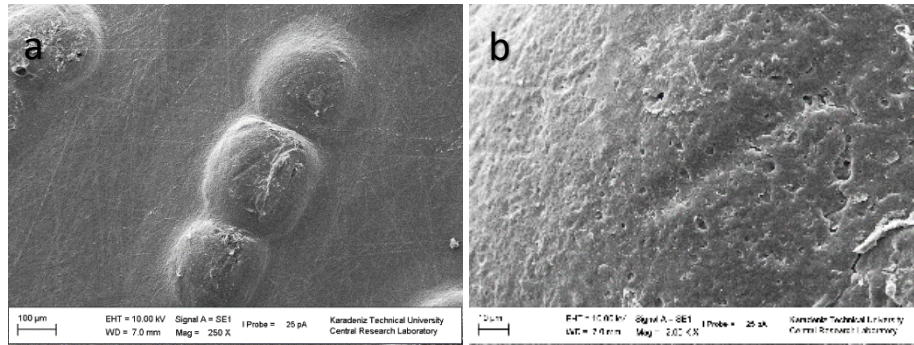
Resim 53. Er, Cr: YsGG lazer grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları



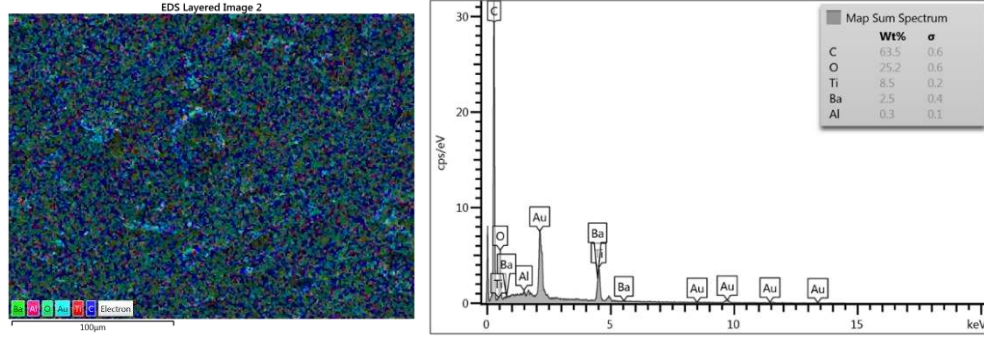
Resim 54. Er, Cr: YsGG lazer+metal primer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)



Resim 55. Er, Cr: YsGG lazer+metal primer grubunun adeziv tip kırılmayüzeyinin EDS analizi sonuçları



Resim 56. Er, Cr: YsGG lazer+seramik primer grubunun kırılma yüzeyinin TEM görüntüleri a. x250, b. x2000 büyütme (adeziv)



Resim 57. Er, Cr: YsGG lazer+seramik primer grubunun adeziv tip kırılma yüzeyinin EDS analizi sonuçları

EDS analizi verilerinden yola çıkarak EDS enerji spektrum grafikleri değerlendirildiğinde Ko grubunun, Al elementinin atomik konsantrasyon yüzdesi % 0,3'tür. Al elementinin atomik konsantrasyon yüzdesi en fazla Ku (% 12,8) grubunda görülürken bunu sırasıyla KuMP (% 12,7) ve KuSP (% 11,4) grupları takip etmiştir. Diğer gruplarda ise Al elementinin atomik konsantrasyon yüzdesinde belirgin bir artış izlenmemiştir. Ko grubunun, O elementinin atomik konsantrasyon yüzdesi % 24,6'dır ve tüm grupların O elementinin atomik konsantrasyon yüzdesinde artış izlenmiştir. O elementinin atomik konsantrasyon yüzdesi en fazla Ku (% 41,3) grubunda görülürken bunu sırasıyla Uf (% 40,5) ve KuMP (% 33,5) grupları takip etmiştir ve en düşük değeri ErSP (%25,2) grubu göstermiştir. Ko grubunun, C elementinin atomik konsantrasyon yüzdesi % 63,5'tir. Genel olarak grupların birçoğunda C elementinin atomik konsantrasyon yüzdesinin azaldığı tespit edilmiştir.

5.TARTIŞMA ve SONUÇ

Bu çalışmada; PEEK örneklerde kumlama, ultrahızlı fiber lazer, Er, Cr: YsGG lazer uygulamaları gibi farklı yüzey işlemlerinin yüzey pürüzlülük değerleri karşılaştırıldı. Ultrahızlı fiber lazer uygulamasının PEEK ve rezin siman arasındaki bağlantı dayanımına etkisi incelendi. Ayrıca metal primer ve seramik primer uygulamalarının PEEK ve rezin siman arasındaki bağlantı dayanımına etkisi araştırıldı. Bu çalışmanın yokluk hipotezleri (H_0):

1. “Farklı yüzey işlemlerinin PEEK’in yüzey pürüzlülüğüne etki etmeyeceği” hipotezi, kontrol grubuna kıyasla diğer tüm yüzey işlemi uygulanan grupların yüzey pürüzlülüğü değerinin istatistiksel olarak anlamlı olacak şekilde farklılık gösterdiği için reddedildi.

2. “Farklı yüzey işlemlerinin PEEK ile rezin siman materyali arasındaki bağlantıya etki etmeyeceği” hipotezi, kontrol (Ko) grubuna kıyasla kumlama (Ku), kumlama + metal primer (KuMP), kumlama + seramik primer (KuSP), ultrahızlı fiber lazer (Uf), ultrahızlı fiber lazer + seramik primer (UfSP) gruplarının bağlanma dayanımı değerleri istatistiksel olarak anlamlı farklılık gösterdiği için kısmen reddedildi. Yine Ko grubuna kıyasla ultrahızlı fiber lazer + metal primer (UfMP), Er, Cr: YsGG lazer (Er), Er: Cr: YsGG + metal primer (ErMP), Er: Cr: YsGG + seramik primer (ErSP) gruplarının bağlanma dayanımı değerlerinde istatistiksel olarak anlamlı farklılık tespit edilmediği için bu hipotez kısmen kabul edildi.

3. “Metal primer uygulamasının PEEK ile rezin siman materyali arasındaki bağlantıya etki etmeyeceği” hipotezi, ultrahızlı fiber lazer ve Er, Cr: YsGG lazer yüzey işlemleri sonrası metal primer uygulamasının bağlanma dayanımı değerinde istatistiksel olarak anlamlı farklılık göstermemesi nedeniyle kısmen kabul edildi ve kumlama sonrası metal primer uygulamasının PEEK ile rezin siman materyali arasındaki bağlantı değerini istatistiksel olarak anlamlı farklılık oluşturacak şekilde düşürdüğü için bu hipotez kısmen reddedildi.

4. ”Seramik primer uygulamalarının PEEK ile rezin siman materyali arasındaki bağlantıya etki etmeyeceği” hipotezi, kumlama, ultrahızlı fiber lazer ve Er: Cr: YsGG lazer yüzey işlemleri sonrası seramik primer uygulamasının bağlanma dayanımında istatistiksel olarak anlamlı farklılık ortaya çıkarmadığı için kabul edildi.

Polietereterketon (PEEK), üstün kimyasal, termal ve mekanik özelliklere, mükemmel biyouyumluluğa sahip yüksek performanslı bir termoplastik polimerdir (4). Diğer termoplastik polimerler arasında PEEK, polimetil metakrilattan (PMMA) daha az su emer. Kompozit rezin ve PMMA gibi polimerizasyon işlemi sırasında büzülmez. Bu materyalin düşük elastik modülü vardır, bu da onu kemik kadar elastik yapar. Stres kırıcı görev görmesine ve restorasyonlara aktarılan kuvvetlerin azalmasına izin verir (5, 8). Bu özellikleri in vivo değerlendiren bir çalışma, All-on-4 implant uygulamalarının tüm ark sabit protez restorasyonlarına alternatif malzeme olarak PEEK alt yapıyı önermiştir (199). Gece diş sıkma ve brüksizm sergileyen ancak oklüzal aparey kullanmayı reddeden hastalar için PEEK alt yapıli kuron önerilir (200). Bu polimerin ek avantajları, alerjik reaksiyonları ve metalik tadı ortadan kaldırması, yüksek cilalama nitelikleri, düşük plak afinitesi ve iyi aşınma direncidir (8, 200, 201). Bir in vivo çalışma, PEEK'in muhtemelen tat duyarlılığı veya geleneksel Cr-Co alt yapıya alerjisi olan hastalar için alternatif bir hareketli bölümlü protez malzemesi olarak düşünülmesi gerektiğini bildirmiştir (43). Daha yüksek kırılma direnci, daha iyi stres dağılımı ve antagonist dişin minesinden daha az aşındırması nedeniyle, PEEK sabit bölümlü protezlerde alternatif materyal olarak gösterilmiştir (5). CAD/CAM ile üretilmiş sabit bölümlü protezler, enjeksiyon kalıplama ile üretilmiş olanlara göre daha düşük deformasyon ve daha yüksek kırılma direnci gösterirler (62). PEEK'in sabit bölümlü protez uygulamaları için önemli avantajları olmasına rağmen, rezin siman gibi dental materyallere güçlü ve dayanıklı bir bağlantı oluşturmadaki zorluklar en büyük klinik dezavantajdır (4–6). PEEK'in düşük yüzey enerjisi ve inert bir hidrofobik yüzeyi vardır, bu durum PEEK ile rezin siman arasında zayıf bağlanma özelliklerine neden olur (7). Sabit bölümlü protezlerin klinik performansı simantasyon işlemine bağlı olduğu için, mevcut çalışmalar rezin simanlar ile PEEK arasındaki bağlantının güçlendirilmesine odaklanmaktadır (5, 6, 8, 202). Genel olarak, rezin siman ve PEEK arasında güçlü bir bağlanma performansı elde etmek için iki yöntem son çalışmaların odak noktası olmuştur: PEEK yüzeyinin pürüzlendirilmesi ve kimyasal bağlantı sağlamak için adeziv sistemlerin kullanılmasıdır (6). Birkaç çalışma; kumlama, silika kaplama, sülfürik asit uygulama veya farklı plazma türleri gibi çeşitli yüzey işlemleriyle rezin materyal ve PEEK malzemesi arasındaki bağlanma dayanımını incelemiştir (28, 29, 74). Lazerlerle PEEK yüzeyinin işlenmesi hakkında bildirilmiş yeterli rapor yoktur. Bununla birlikte, literatürde rezin esaslı malzemelerin optimal bağlanma dayanımı için kullanılması gereken lazer parametreleri hakkında bir fikir birliği de yoktur. PEEK yüzey pürüzlendirme işlemlerinden yeni kullanım

alanı bulmuş ultrahızlı fiber lazer uygulama işleminin, kumlama ve Er, Cr: YsGG lazer uygulamaları ile karşılaştırılması bu çalışmada temel hedefimizdir. Yüzey işlemleri, rezin simanın mikromekanik bağlanması için PEEK yüzeyini düzenler; bununla birlikte, PEEK ve rezin siman arasında güçlü bir bağlantı oluşturmak için ek kimyasal yüzey işlemleri olan adeziv sistemlere ihtiyaç vardır (6, 202). Yine yeni bir kullanım alanı olabilecek metal primer ve seramik primer adezivlerinin PEEK ile rezin siman arasındaki bağlantıya etkisini tespit etmek de çalışmamızın bir diğer hedefidir. PEEK'in rezin materyale bağlanmadaki potansiyeli ve sınırlamaları ile ilgili bilgiler hala yetersizdir. Bu nedenle, klinikte daha uzun süre kullanılabilen ve başarı oranı yüksek sabit protezler hazırlayabilmek için PEEK ile rezin siman materyeli arasındaki bağlantıyı arttırabilmek hedefiyle en uygun yüzey işlemini belirlemek bu çalışmada temel amacımız olmuştur.

BioHPP %20 seramik doldurucu takviyeli yüksek teknoloji ürünü bir termoplastik polimerdir. Bu polimer restorasyonların daha iyi parlatılması ve mekanik dayanıklılık sağlanması için yaklaşık 0,3-0,5 mikron büyüklüğünde seramik mikro partiküller içerir. Bu seramik dolgu partikülleri toplam BioHPP hacminin %20'sini oluşturmaktadır (71). Bu polimer, diş hekimliğinde implantlar, implant destekli protezler, geçici abutmentler, iyileşme abutmenti, implant destekli barlar, kroşe materyali veya hareketli ve bölümlü sabit protezler için altyapı olarak kullanılmıştır (4, 5, 8, 200). Seramik mikro partiküllerin çok küçük boyutlarından dolayı polimerin makro yapısında homojenlik elde edilir. Malzemenin yüksek derecede cilalanabilmesi zaman içinde plak tutma ve renk değişiminin olmaması ile sonuçlanır (203). Bu bilgiler doğrultusunda çalışmamızda BioHPP bloklar kullanıldı. CAD/CAM yöntemi ile materyalin özellikleri stabil kalmaktadır. Dijital iş akışının hassasiyetinden ve tekrarlanabilirliğinden yararlanılarak daha hassas alt yapı üretimi yapılabilmektedir. PEEK polimeri; CAD/CAM üretimi açısından metal alt yapılara kıyasla daha az frez aşınması ve daha hızlı üretim gibi avantajlara sahiptir (63). Bu sebeple çalışmamızdaki örnekler CAD-CAM sistemiyle üretildi.

PEEK materyaller birçok çalışmada 7x7x2 mm, 8mm çap x3 mm veya 8x8x4 mm boyutlarında hazırlanmıştır (82, 204, 205). Çalışmamızda kullandığımız PEEK örnekler 8x8x3 mm boyutunda, her bir çalışma grubu için 11 örnek olacak şekilde hazırlandı. Kesim sonrası örnekler aynı yüzey özelliklerine sahip değildi. Yapılan çalışmalarda hazırlanan örnekler 200-2400 arası grit zımparalar ile 10-15-60 sn. boyunca zımparalanmaktadır (82, 204, 206). Çalışmamızda PEEK örneklerin yüzeyleri, literatürdeki çalışmalara benzer

şekilde 1200 grit silikon karbit zımpara ile su spreyi altında 20 N basınçla 60 sn boyunca zımparalandı.

PEEK yüzeylerinin düşük yüzey enerjisinin artırılması ve dolayısıyla adeziv özelliklerinin geliştirilmesi amacıyla bir takım çalışmalar rapor edilmiştir (82, 83). Bu işlemlerin en basit olanı uygun yüzey pürüzlülüğünün elde edilmesine olanak sağlayan ve rezin materyaller ile PEEK arasında mikro mekanik bir bağlantı kurulabilmesine yardımcı olan kumlama yöntemidir (86). Kumlama, yüzey pürüzlülüğünü arttırarak, taze bir yüzey katmanı oluşturur ve pürüzlenmiş yüzeylerin adezivlerle mikro mekanik tutunmasında önemli rol oynar (112). Kumlamanın PEEK yüzeyini değiştirdiği ve bağlanma dayanımını arttırdığı daha önceki çalışmalarda rapor edilmiştir (82, 83, 86). Bu konuda yapılan araştırmalarda genellikle 50 µm veya 110 µm büyüklüğünde Al₂O₃ partikülleri 2,5 veya 4 bar basınç altında yaklaşık 10 mm mesafeden 10 sn. sürede uygulanmıştır (5, 27, 28, 207). Lümke mann ve ark. (144) yaptıkları çalışmada 0,05, 0,2, 0,4 MPa'lık farklı basınçlarda 50 µm Al₂O₃ partikülleri ile PEEK yüzeylerini pürüzlendirmiş, pürüzlülük ve bağlanma dayanımı değerlerini incelemiştir. 0,4 MPa basınçla pürüzlendirilen örneklerde (1,719±0,070 µm) 0,05 MPa (0,900±0,075 µm) ve 0,2 MPa'dan (0,495±0,029 µm) anlamlı derecede daha yüksek pürüzlülük ve bağlanma dayanımı değerleri elde edilmiştir. PEEK yüzey pürüzlendirmesinin bağlantı dayanımına etkisinin araştırıldığı çalışmalarda 50 µm Al₂O₃ partikülleri kullanıldığı görüldü (86, 112). Bizim çalışmamızda da bu çalışmalara benzer şekilde PEEK örnekler 0,4 MPa basınçta, 10 mm mesafeden 10 sn. süre ile 50 µm'lik Al₂O₃ partikülleri ile pürüzlendirildi.

Teknolojinin gelişimiyle birlikte PEEK ve rezin siman bağlantısının gücünü artırmak için kumlamaya alternatif olarak lazerler kullanılmaya başlanmıştır (111, 112). Ateş ve ark. (135) rezin siman ve titanyum arasındaki bağlantı dayanımını inceledikleri çalışmalarında ultrahızlı fiber lazer uygulamasını 20W çıkış gücünde, 100 kHz ve 1 mJ yapmışlar ve ultrahızlı fiber lazeri yüzey pürüzlendirmede kumlamaya alternatif olarak bildirmişlerdir. Garcia ve ark. (208) zirkonya yüzeyini pürüzlendirmek için ultrahızlı fiber lazeri 20W çıkış gücünde ve 1 kHz uygulamışlardır. Çulhanoğlu ve ark. (113) PEEK ve rezin kompozit arasındaki bağlantı dayanımını inceledikleri çalışmada 5 W güç ayarında ultrahızlı Yb:PL lazer ile PEEK yüzeylerini temassız modda, 17,8 mm sabit çalışma mesafesinde yönlendirilen lazer ışını ile pürüzlendirmişlerdir. Bu bilgiler doğrultusunda, çalışmamızda

ultrahızlı fiber lazer 5W çıkış gücünde 1 mJ, 40 kHz parametrelerinde PEEK yüzeyine işlem uygulanarak yüzey pürüzlendirildi.

PEEK yüzeyine uygulanmış Er, Cr: YsGG lazer ile ilgili herhangi bir çalışma olmamasına rağmen diş hekimliğinde kullanılan dental lazerlerden alternatif bir seçenek olabileceği düşünüldü. Çünkü Ghasemi ve ark. (125)'nin zirkonya ve rezin siman arasındaki bağlantıyı araştırdıkları çalışmalarında, Er, Cr: YsGG lazeri zirkonya yüzeylerine 3W-2W çıkış güçlerinde uygulamışlardır. Bu çalışmanın sonucunda 3 W gücündeki Er, Cr: YsGG lazer uygulaması, rezin simanlarla daha iyi bağlantı dayanımı sağlamak için zirkonya yüzeyini pürüzlendirilmesi amacıyla alternatif yöntem olarak kabul edilebileceği bildirilmiştir. Tokar ve ark. (209) çalışmalarında Er, Cr: YsGG lazer ile zirkonya yüzeylerini pürüzlendirdikten sonra rezin kompozit ile bağlantı dayanımı değerinin arttığını bildirmişlerdir. Bu sebeple çalışmamızda PEEK yüzeyini pürüzlendirmek için Er, Cr: YsGG lazer, 3W çıkış gücünde tekrarlama hızı 20 Hz olacak şekilde uygulanmıştır.

Yüzey pürüzlülüğünün PEEK materyallerinin yüzey alanı, yüzey enerjisi ve ıslanabilirliği üzerinde etkisinin yanı sıra bağlanma değerleri üzerinde de etkili olabileceği varsayılmaktadır. Bu nedenle benzer çalışmalarda olduğu gibi (74, 112, 113) çalışmamızda bu değişkenin bağlanma dayanımı üzerine etkilerini incelemek amacı ile ortalama yüzey pürüzlülük değerleri ölçüldü. Kullanım kolaylığı avantajları nedeniyle yüzey işlemleri sonrası ortalama yüzey pürüzlülük değerleri (Ra) hassas yüzey pürüzlülük ölçüm cihazı (profilometre) ile kaydedildi. Ra değeri yüzey topografisi hakkında bilgi vermekte ve diğer çalışmalar ile karşılaştırma yapmayı kolaylaştırmaktadır.

Son yıllarda rezin simanların silikadan yoksun zirkonya yüzeyine bağlantılarını arttırmak için 10 metakriloksidesil dihidrojen fosfat (MDP) gibi organofosfat monomerleri içeren bağlantı ajanları veya primerler kullanılmaktadır (210). Resin siman ve zirkonya arasındaki bağlanma dayanımını inceleyen bir çalışmada uygun metal primer ve kumlama ile pürüzlendirme beraber kullanıldığında bağlanma dayanımını artırmada etkili bir yöntem olduğu bildirilmiştir (211). Çalışmamızda kullandığımız materyallerden biride MDP ve aseton içerikli metal primerdir (Alloy primer; Kuraray, Tokyo, Japonya). MDP içerikli primerler, aslen metal oksitlerinin bağlantısında kullanılmak amacıyla üretilmiş, son dönemde endikasyonları arasına PEEK de girmiştir. MDP asidik bir fosfat monomeridir. MDP içerisindeki aktif fosfat monomerleri resin kompozitlerin içerisindeki monomerler ile kopolimerize olarak bağlanma dayanımını arttırmaktadır (143). Lümkmann ve ark. (212)

yaptıkları bir çalışmada, MDP içerikli adezivlerin oksitlenen seramiklerle iyi bağlantı yaptığını tespit etmiştir. Fakat bu adezivler, PEEK yüzeylerine yeterince etki edememektedir (212). PEEK'in solventlere karşı kimyasal direncine rağmen, asetonun PEEK yüzeylerinde yapışma gücünü artırabilecek çatlaklar oluşturduğu bilinmektedir (213). Ayrıca aseton uygulaması sonrasında PMMA protez kaide materyali ile protez tamir materyali arasında artan bağlanma dayanımı değerleri gözlenmiştir (214). Diğer yandan yapılan bir çalışmada, PEEK yüzeyine aseton uygulanmasının aseton uygulanmamış PEEK yüzeyleriyle karşılaştırılabilir ortalama bağlantı dayanımı değeri saptanmıştır (113). Çalışmamızda yeni bir kullanım alanı olabilecek, PEEK ile rezin siman arasındaki bağlantıya etkisini tespit edebileceğimiz metal primer kullanıldı. Bir diğer kullandığımız materyal ise MDP, 3-metakriloksipropil trimetoksi silan ve etanol içerikli seramik primerdir (Clearfil Ceramic Primer). Fuhrmann ve ark. (142) poliaril ailesinden poliarileterketon (PAEK) ile rezin kompozit materyali arasındaki bağlanma dayanımını inceledikleri çalışmalarında, PAEK yüzeyine tribokimyasal silika kaplama işlemi uyguladıktan sonra silan içerikli primer kullanmıştır. Spyropoulos ve ark. (215) PEEK ile rezin siman arasındaki bağlanma dayanımını inceledikleri çalışmalarında Cojet ile yüzey pürüzlendirme işlemi sonrası seramik primer kullanmıştır. Rosentritt ve ark. (27) PEEK ve rezin kompozit arasındaki bağlanma dayanımını inceledikleri çalışmalarında kumlama yüzey işlemi sonrası seramik primeri uygulayıp, etkisini değerlendirmiştir. Bu çalışmalara benzer olarak bizim çalışmamızda seramik primer kullanıldı.

PEEK ile rezin kompozit veneer materyali arasındaki bağlanma dayanımının artırılması amacıyla yüzey modifikasyon yöntemlerine ek olarak ilave adeziv sistemlere de gerek duyulduğu bildirilmiştir (74, 82, 86). PEEK ile adeziv ajanın fonksiyonel grupları arasındaki reaksiyon sonucu oluşan çapraz bağlanmanın, adezivin, polimer içerisindeki difüzyonunu geliştirerek, rezin kompozit veneer materyali ile bağlanma dayanımının arttığı bildirilmiştir (78).

Çeşitli çalışmalarda farklı adeziv ajanların PEEK ile kompozit veneer materyali arasındaki bağlanma dayanımına etkisi de araştırılmış ve metilmetakrilat (MMA) içerikli adeziv ajanların, PEEK ile kompozit veneer materyali arasındaki bağlanma dayanımını arttırdığı bildirilmiştir (6, 27, 83, 86). MMA içerikli Visio.link (Bredent GmbH & Co KG, Senden, Almanya) adeziv sisteminin emsallerine kıyasla, PEEK ile kompozit veneer materyali arasında, daha yüksek bağlanma dayanımı değerleri oluşturduğu bildirilmiştir (74,

82, 86). Visio.link (Bredent GmbH & Co KG, Senden, Almanya) adeziv sistemi; MMA monomerleri, PETIA (pentaeritritol triakrilat) ve dimetakrilat içermektedir. PETIA'nın PEEK yüzeyini çözdüğü düşünülürken, MMA monomerlerinin çözünmüş yüzeyi şişirdiği ve dimetakrilat monomerlerinin, bağlanma bölgesi olarak iki metil grubuyla rezin kompozitlerine bağlandığı varsayılabilir (6, 86). PEEK ve rezin siman arasındaki bağlantı dayanımını inceleyen benzer çalışmalarda Visio.link adeziv materyal olarak kullanılmış ve bağlantıyı artırdığı izlenmiştir (112, 215). Bu nedenlerden dolayı çalışmamızda tüm örnekler Visio.link adeziv olarak kullanılmıştır.

PEEK yüzeyinde kullanılan rezinin viskozitesi, retansiyona önemli derecede etki etmektedir. Resin içeriğindeki doldurucu oranı arttıkça viskozitesi de artacaktır. Bu da mekanik retansiyonu olumsuz yönde etkiler (216). Düşük viskoziteye sahip rezinler, yüzey işlemi ile PEEK yüzeylerinde oluşan mikroporlara veya gözeneklere daha iyi nüfuz ederek mekanik tutuculuğu artırır. Stawarczyk ve ark. (5), PEEK yüzeylerine 2 farklı resin veneerleme materyali ile yaptığı çalışmaya göre düşük viskoziteli olan resin materyalinin, yüksek viskoziteli olana göre daha başarılı olduğunu göstermişlerdir. Stawarczyk ve ark. (207)'nın, 3 üye PEEK sabit kuronların üzerinde yaptığı çalışmaya göre ise düşük viskoziteye sahip veneer resin materyalinin, yüksek viskoziteliye oranla bağlanma dayanımı daha yüksek olduğu için düşük viskoziteli olan simanın kırılmaya daha dirençlidir. Bu nedenle bu çalışmada, %40 yani düşük doldurucu oranına sahip bir resin siman kullanılarak mekanik tutuculuğun artırılması hedeflenmiştir.

Ağız içindeki kimyasal, ısısal, mekanik ve gerilime bağlı faktörler PEEK ile resin kompozit veneer materyali ara yüzündeki bağlanma dayanımını etkileyebildiğinden, klinik koşulları taklit etmek amacıyla yapay yaşlandırma yöntemleri kullanılmıştır. Suda bekletme ve/veya termal döngü gibi yapay yaşlandırma yöntemleri, in vitro bağlanma dayanımı testlerinde sıklıkla kullanılan yaşlandırma yöntemlerindendir (6, 27, 83, 212). Bu çalışmadaki yaşlanma, yaklaşık 4-5 yıllık klinik hizmete karşılık gelen 5000 termal döngü (5/55 °C; kalma süresi, 30 s) için ısı döngüsünden oluşuyordu (74). Yüzey pürüzlendirme işlemine tabi tutulmuş PEEK numunelerine resin simanının bağlantı dayanımı üzerinde ısı döngüsünün etkisi, uzun vadeli öngörülebilirlikte önemli bir rol oynar. Çünkü çalışmalar, ağız içi termal değişikliklerin termal döngü yöntemi kullanılarak kolayca simüle edildiğini göstermiştir (6, 74, 178). Bizim çalışmamızda da test edilen tüm numuneler üzerine standart

ve tekrarlanabilir bir termal stres ve termal döngü yöntemi kullanılarak yaşlandırma uygulandı.

Schmidlin ve ark. (29) tarafından yapılan çalışmada, farklı yüzey işlemleri uygulanmış PEEK ile rezin siman arasındaki bağlantı dayanımını değerlendirmek amacıyla ilk kez makaslama testi 2010 yılında yapılmıştır. Bu çalışma, self-adeziv bir rezin siman (RelyX Unicem) ve hibrit rezin kompozit (Heliobond/Tetric) kombinasyonunun kumlama ve asit ile pürüzlendirilmiş PEEK üzerine bağlanma etkinliğini test etmiştir. PEEK ile rezin kompozit materyal bağlantı çalışmalarında en yaygın kullanılan test metodunun makaslama olduğu bilinmektedir. Makaslama bağlantı dayanımının, testlerinin kolay ve hızlı sonuca gitme, yöntemin basitliği, çabuk ve tekrarlanabilir olması ve sık kullanılan bir test olması ve elde edilen değerlerin diğer çalışmalarla daha kolay karşılaştırılabilir olması gibi avantajları vardır (193). Çalışmamızda PEEK ile rezin siman materyali arasındaki bağlanma dayanımı, önceki çalışmalara (111, 112, 215) uygun olarak bağlanma ara yüzeyine 1 mm/dk hızla makaslama kuvveti uygulamak suretiyle, universal test cihazı kullanılarak değerlendirilmiştir. Çalışmamızda 1 mm/dk hızla makaslama kuvveti uygulanmasının sebebi, yüksek yaklaşma hızlarında, ayırıcı ucun, adeziv materyalde veya siman materyali içerisinde koheziv kırık oluşturarak, yüksek bağlanma dayanımı değerlerinin ortaya çıkmasına ve yanlış sonuçların elde edilmesine engel olmaktadır (217). Makaslama bağlantı testinden sonra kopma tipinin tespiti için steromikroskop kullanıldı. Başarısızlık tipleri; adeziv (PEEK ve rezin siman arasında tam ayrılma), koheziv (PEEK ve rezin simanın kendi içinde olan ayrılma) veya miks (adeziv ve koheziv başarısızlık birlikte) olarak değerlendirildi.

Benzer çalışmalarda (28, 83, 112, 113) farklı yüzey işlemlerinin, PEEK materyalinin yüzey topoğrafisi ve bağlanma dayanımı üzerindeki etkilerini değerlendirmek amacıyla yüzey analizleri de yapılmıştır. Bu çalışmalar dikkate alınarak, çalışmamızda farklı yüzey işlemlerinin PEEK materyalinin yüzey morfolojisi ve bağlanma dayanımı üzerindeki etkilerini ayrıntılı olarak inceleyebilmek amacıyla her gruptan bir örnek seçilerek TEM ile incelenmiştir. Ayrıca çalışmamızda, yüzey uygulamaları sonucu yüzeylerdeki element içeriğini belirlemek için EDS analizi de yapılmıştır.

Çalışmamızda yüzey pürüzlülük verilerine göre en yüksek değeri Er, Cr: YsGG (10,64±0,71 µm) lazer uygulanan grup göstermiştir. Bu sıralamayı kumlama yapılan grup (1,24±0,03 µm) ve ultrahızlı fiber lazer uygulanan grup (0,80±0,04 µm) takip etmiştir. En

düşük yüzey pürüzlülük değerini ise kontrol grubu ($0,24 \pm 0,02 \mu\text{m}$) göstermiştir. Ayrıca tüm grupların yüzey pürüzlülük verileri arasında istatistiksel olarak anlamlı fark izlenmiştir ($p < 0,05$).

Çağlar ve ark. (112)'nin yaptıkları çalışmada, farklı yüzey işlemlerinin (Er: YAG lazer, $50 \mu\text{m}$ Al_2O_3 kumlama ve CoJet sistemiyle silika kaplama), PEEK'in yüzey pürüzlülüğüne ve rezin siman materyali ile bağlanma dayanımına etkisi değerlendirilmiştir. Bu çalışmada kumlama grubu ($2,64 \pm 0,28 \mu\text{m}$), kontrol ($1,11 \pm 0,09 \mu\text{m}$) grubundan önemli ölçüde daha yüksek yüzey pürüzlülük değerleri gösterdiği bildirilmiştir. Lazer ($1,19 \pm 0,20 \mu\text{m}$) ile kontrol ($1,11 \pm 0,09 \mu\text{m}$) gruplarının yüzey pürüzlülükleri arasında anlamlı bir fark görülmediği bildirilmiştir ($p > 0,05$). Çalışmamızda bu çalışmaya benzer şekilde kumlama grubu kontrol grubundan daha yüksek yüzey pürüzlülük değeri gösterdi. Çalışmamızda bu çalışmadan farklı olarak lazer grupları kontrol grubuna kıyasla daha yüksek yüzey pürüzlülüğü değerleri gösterdi. Bu farklılığın, çalışmalarda kullanılan lazer sistemlerinin farklı olmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

Çulhaoğlu ve ark. (113) yapmış oldukları çalışmada; PEEK yüzeyine aseton, %98'lik sülfürik asit, silika kaplama, $110 \mu\text{m}$ Al_2O_3 ile kumlama ve 5W iterbium lazer (Yb-PL) uygulaması yapmışlardır. Çalışmada farklı yüzey işlemlerinin PEEK yüzeyindeki pürüzlülük ve kompozit veneer materyali ile bağlanma dayanımına etkisi değerlendirilmiştir. Çalışmada 5W Yb:PL lazer uygulanan grup, kontrol grubundan ve Al_2O_3 ile kumlama yapılan gruptan daha yüksek yüzey pürüzlülüğü göstermiştir. Çalışmamızda ultrahızlı fiber lazer grubu ($0,80 \pm 0,04 \mu\text{m}$), kontrol grubundan daha yüksek pürüzlülük değerleri gösterirken, kumlama ($1,24 \pm 0,03 \mu\text{m}$) ve Er, Cr: YsGG ($10,64 \pm 0,71 \mu\text{m}$) lazer grubuna kıyasla daha düşük yüzey pürüzlülüğü göstermiştir. Çalışmamızda bu çalışmaya benzer şekilde 5W ultrahızlı fiber lazer grubu kontrol grubundan daha yüksek yüzey pürüzlülük değeri gösterdi. Örnek çalışmadan farklı olarak çalışmamızda Al_2O_3 ile kumlama grubunun, ultrahızlı fiber lazer grubuna göre yüzey pürüzlülük değeri daha yüksek tespit edildi. Bu farklılığın sebebi, Al_2O_3 partikül boyutlarının ve uygulama basınçlarının farklı olmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Önceki örnek çalışmaya ait iterbiyum lazer uygulanan örneklerdeki yüzey pürüzlülüğü değerlerine kıyasla bizim çalışmamızdaki yüzey pürüzlülüğü değerleri farklılığın, kullanılan lazer türlerinin farklı olmasından ve uygulamanın farklı protokollerle yapılmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir. Ayrıca çalışmamızda, farklı lazer cihazlarından farklı pürüzlülükleri ve farklı yüzey

karakterleri oluşmuştur. Yüzey pürüzlülüğündeki bu farklılık yüzey karakterlerine bağlanabilir ki ultrahızlı fiber lazer grubunun yüzeyde derin çukurlar oluştururken, Er, Cr: YsGG lazerin tüm yüzeye dağılmış tümsek ve kraterimsi yüzeyler oluşmuştur. Bir diğer gerekçe olarak da ultrahızlı fiber lazerin endüstriyel olarak hazırlanmış bir düzenele uygulanırken, Er, Cr: YsGG lazerin klinikte manuel olarak gerçekleştirilmesinden kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

Ateş ve ark. (124) yapmış oldukları çalışmada; PEEK yüzeyine 50 μm Al_2O_3 ile kumlama, CoJet sistemiyle silika kaplama, Er: YAG lazer uygulaması yapmışlardır. Kumlama grubu ($1,58 \pm 0,15 \mu\text{m}$) ve lazer grubu ($1,79 \pm 0,29 \mu\text{m}$) kontrol grubundan ($1,03 \pm 0,11 \mu\text{m}$) anlamlı olarak daha yüksek yüzey pürüzlülüğü değerleri göstermiştir. Kumlama grubu ve lazer grubu benzer yüzey pürüzlülük değeri göstermiştir ($p>0,05$). Çalışmamızda benzer olarak kumlama ve tüm lazer grupları kontrol grubundan daha yüksek yüzey pürüzlülük değeri gösterdi. Fakat bizim çalışmamızda lazer gruplarının yüzey pürüzlülüğü kumlama grubuyla karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı farklılıklar tespit edilmiştir ($p<0,05$). En yüksek yüzey pürüzlülüğü değeri Er, Cr: YsGG ($10,64 \pm 0,71 \mu\text{m}$) lazer uygulaması yapılan grupta oluşurken, kumlama ($1,24 \pm 0,03 \mu\text{m}$) ve ultrahızlı fiber lazer ($0,809 \pm 0,044 \mu\text{m}$) uygulaması daha düşük yüzey pürüzlülüğü değeri göstermiştir. Ateş ve ark. (124)'nın çalışmasıyla olan bu farklılığın, çalışmalarda kullanılan lazer sistemlerinin farklı olmasından kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

Kimura ve ark. (218) çalışmasında, Nd:YVO₄ lazerle yüzey pürüzlendirmenin, PEEK ile iki farklı rezin siman arasındaki bağlanma dayanımına etkisi incelenmiştir. Lazer uygulanmış grubun yüzey pürüzlülük değerini, 50 μm Al_2O_3 ile kumlama ve sülfirik asit uygulaması ve yüzey işlemi uygulanmamış grup ile karşılaştırılmıştır. En yüksek yüzey pürüzlülüğü değerini gösteren lazer grubu, her iki rezin simanda da en yüksek bağlanma değerini göstermiştir. Yine Jahandideh ve ark. (127) çalışmasında, Er:YAG ve CO₂ lazerlerle yüzey pürüzlendirme işleminin PEEK ile kompozit rezin materyal arasındaki bağlanma dayanımı üzerine etkisi incelenmiştir. Sonuçlar, Er:YAG lazerin en yüksek ($14,4 \pm 1,7 \text{ MPa}$), kontrol grubunun en düşük ($7,7 \pm 1,8 \text{ MPa}$) bağlanma dayanımı değerini verecek şekilde, her iki lazer türünün de kontrol grubuna göre daha yüksek bir bağlantı sağladığını göstermiştir. Bahsedilen çalışmada, diğer benzer çalışmalardan farklı olarak Er:YAG lazerin daha düşük güçlerini (1,5 W) kullanmayı tercih ettiklerini çünkü daha yüksek lazer güçlerinin kullanılması malzemenin aşırı tahribatına neden olabileceğini bildirmişlerdir

(127). Genel olarak, lazer kaynaklı yüzey modifikasyonunda 2 ana mekanizma rol oynamaktadır: fotokimyasal ve termal mekanizmalar (219). Bu mekanizmaları etkileyen faktörler, malzeme özellikleri, lazer dalga boyları ve yoğunlukları ve lazerin çalışma modudur (219). Lazerle yüzey pürüzlendirme işlemi, polimer bileşimindeki değişiklik, erimiş ve yeniden katılaşmış malzeme ve kömürleşme gibi termal olarak indüklenen kusurlardan dolayı tatmin edici olmayabilir (220). Bizim çalışmamızda kullandığımız Er, Cr: YsGG lazer uygulamasının en yüksek pürüzlülük değeri gösterip en düşük bağlanma değeri göstermesinde lazer parametrelerinin sorgulanabileceği düşünülmektedir. Bu nedenle, farklı lazer türlerinin ideal parametreleri üzerinde daha fazla çalışmaya ihtiyaç vardır.

Çalışmamız bağlanma dayanımı açısından incelendiğinde en yüksek bağlanma dayanımı değerlerini kumlama (Ku) grubunda ($14,80 \pm 4,56$ MPa), en düşük değer ise Er, Cr: YsGG lazer + seramik primer uygulanan (ErSP) grupta ($3,77 \pm 0,84$ MPa) tespit edilmiştir.

ISO 10477 verilerinde, 5 MPa'lık makaslama bağlanma dayanımı değerinin, polimer alt yapı ile rezin veneer materyali arasında kabul edilebilir sınır olduğu bildirilmiştir (221). Bununla birlikte, oral koşullar altında rezin esaslı malzemenin minimum klinik makaslama bağlantı değerinin 10 MPa ve üzeri olduğu bildirilmiştir (222, 223). Bu çalışmada test edilen numunelerden yüzey işlemi uygulanmamış (Ko), Er, Cr: YsGG lazer uygulanmış (Er), Er, Cr: YsGG lazer + metal primer uygulanmış (ErMP) ve Er, Cr: YsGG lazer + seramik primer (ErSP) gruplar hariç diğer tüm grupların bağlanma dayanımı değerinin ISO 10477 standartlarına uygun olduğu bulunmuştur. Ayrıca ultrahızlı fiber lazer uygulanmış (Uf), ultrahızlı fiber lazer + metal primer uygulanmış (UfMP), ultrahızlı fiber lazer + seramik primer uygulanmış (UfSP), kumlama + metal primer uygulanmış (KuMP) grupların bağlanma değerlerinin klinik için yetersiz olduğu anlaşılmıştır.

Önceki çalışmalar yüzey işlemi görmemiş PEEK'e kıyasla, kumlama ile yüzey pürüzlülüğü sağlanmış PEEK yüzeylerinde bağlantı dayanımı değerlerinde önemli bir artış bildirmiştir (6, 29, 61, 112). Uhrenbacher ve ark. (6) yaptıkları çalışmada, çeşitli yüzey işlemleri yapılmış PEEK kuronları dentin dayanaklarına rezin siman ile yapıştırmışlar, 5000 devir temal yaşlandırma sonrası retansiyon mukavemeti üzerindeki etkisini değerlendirmişlerdir. $50 \mu\text{m}$ Al_2O_3 ile kumlanan ve Visio.link uygulanan grup, yüzey işlemi uygulanmayan fakat Visio.lik uygulanan kontrol grubundan daha yüksek retansiyon mukavemeti değeri gösterdiği bildirilmiştir. Schwitalla ve ark. (224) yaptıkları çalışmada,

PEEK yüzeyine Al_2O_3 ile kumlama ve plazma işlemleri uygulamışlardır. Adeziv olarak Visio.link uygulanmış, 37° de 24 saat temal yaşlandırma sonrası PEEK ile rezin kompozit arasındaki bağlanma dayanımı değerlendirilmiştir. Yüzeyi kumlanmış grubun ($18,29 \pm 1,84$ MPa) bağlanma dayanımı değeri yüzey işlemi yapılmamış gruba ($3,81 \pm 2,71$ MPa) göre daha yüksek tespit edilmiştir. Çağlar ve ark. (112)'nin yaptıkları çalışmada, PEEK yüzeyine $50 \mu m$ Al_2O_3 ile kumlama, silika kaplama ve Er:YAG lazer işlemleri uygulayarak 5000 devir termal yaşlandırma sonrası rezin siman ile arasındaki bağlanma dayanımı değerlendirilmiştir. Aynı zamanda bu çalışmada farklı adezivlerin etkileri de araştırılmıştır. Kumlanmış ve adeziv olarak Visio.link tercih edilmiş grupta ($19,86 \pm 2,52$ MPa), yüzey işlemi uygulanmamış adeziv olarak Visio.link uygulanmış gruba ($12,54 \pm 2,19$ MPa) göre PEEK ile rezin siman arasındaki bağlanma dayanımı anlamlı derecede artmıştır. Daha önceki çalışmalarla uyumlu olarak bizim çalışmamızda, $50 \mu m$ Al_2O_3 ile kumlanmış numuneler kontrol grubuna göre önemli ölçüde daha yüksek bağlanma dayanımı değerleri göstermiştir. Ku grubunun yüksek bağlanma dayanımı değerleri, kumlama işlemi görmüş yüzeylerin topoğrafyası ile ilgili olabilir. Çünkü yapıştırma alanındaki homojen düzensizlikler malzemenin yapıştırılacağı temas alanını arttırmıştır. Kumlanmış PEEK numunelerinin TEM görüntülerinde gözlemlendiği gibi, mikromekanik pürüzlendirme oluşturan, daha büyük oluklara sahip düzensiz ancak homojen bir yüzey hem adeziv hem de rezin simanının akışı için daha uygun olduğu görülmüştür. Ek olarak, EDS analizde kumlama sonrası PEEK yüzeyinde tespit edilen alümina tozunun da bağlantıya etki edebileceği düşünülmüştür.

Fokas ve ark. (204) yapmış oldukları çalışmada farklı yüzey işlemlerinin polieterketonketon (PEKK) ve rezin kompozit materyal arasındaki çekme bağ dayanımına etkisini incelemişlerdir. $110 \mu m$ Al_2O_3 ile kumlama, sülfirik asitle aşındırma, silika kaplama, sülfirik asit+ silika kaplama yöntemlerini yüzey işlemi yapılmamış kontrol grubuyla karşılaştırmışlardır. Tüm yüzey işlemlerinin pürüzlülük değeri kontrol grubuna göre istatistiksel olarak anlamlı olacak şekilde yüksek tespit edilmiştir ($p < 0,05$). Bu çalışmada termal siklus işleminden sonra silika kaplama ve sülfirik asit+silika kaplama grupları, kontrol grubundan istatistiksel olarak anlamlı olacak şekilde daha yüksek çekme bağ dayanımı gösterirken, kumlama ve sülfirik asit gruplarının çekme bağ dayanımları kontrol grubuna göre yüksek olmasına rağmen arada istatistiksel olarak anlamlı bir fark bulunmadığı belirtilmiştir. Bu çalışmaya benzer şekilde çalışmamızda kumlama yüzey işlemi kontrol grubundan istatistiksel olarak anlamlı olacak şekilde daha yüksek yüzey pürüzlülük değeri

gösterirken, bu çalışmadan farklı olarak bizim çalışmamızda kumlama grubu kontrol grubundan istatistiksel olarak anlamlı olacak şekilde daha yüksek bağlanma dayanımı değeri göstermiştir ($p<0,05$). Bu farklılık; kumlama yapılan alüminyum tozlarının gren büyüklüklerinin her iki çalışmada farklı olmasından kaynaklanmış olabilir.

Oliveira ve ark. (225) yapmış oldukları çalışmada; güçlendirilmiş polimerlere 1024 nm dalga boyunda ultrahızlı femtosaniye lazer uygulamasının, polimer ile rezin siman arasındaki bağlanma dayanımına etkisini değerlendirmişlerdir. Çalışmada femtosaniye lazerin etkisi ile polimer yüzeyindeki artıkların uzaklaştırıldığı ve matriksin ablasyona uğrayıp doldurucunun açığa çıkması sonucunda bağlanma dayanımını arttıracak koşulların ortaya çıktığını bildirilmiştir. Literatürde ultrahızlı fiber lazer ve Er: Cr: YsGG lazer sistemlerinin PEEK ile rezin siman materyali arasındaki bağlanma dayanımına etkisini karşılaştıran benzer bir çalışmanın olmadığı görülmektedir. Bu nedenle, bu çalışmada farklı lazer sistemlerinin PEEK ile rezin siman veya kompozit veneer materyali arasındaki bağlanma dayanımına etkisini inceleyen çalışmalar değerlendirilmiştir.

Çulhaoğlu ve ark. (113) yapmış oldukları çalışmada PEEK yüzeyine iterbium lazer (Yb-PL) uygulamasının ($11,46 \pm 1,97$ MPa) kontrol grubuna ($5,09 \pm 2,14$ MPa) kıyasla bağlanma dayanımını belirgin şekilde arttırdığını, kumlama grubundan ($10,81 \pm 3,06$ MPa) da daha yüksek bağlanma dayanımı göstermesine rağmen istatistiksel olarak aralarında anlamlı fark olmadığını bildirmişlerdir ($p>0,05$). Benzer olarak bizim çalışmamızda Uf grubunun ($7,66 \pm 1,5$ MPa) bağlanma dayanımı değeri Ko grubuna ($4,31 \pm 0,38$ MPa) göre yüksek tespit edilirken Uf grubunun bağlanma dayanımı değeri Ku grubundan düşük ($14,80 \pm 4,56$ MPa) tespit edildi. Kumlama işlemi ile fiber lazer grupları arasındaki bu farklılık uygulanan lazer parametrelerine bağlı olarak lazerden etkilenmemiş alanların daha fazla olmasıyla ve önceki çalışmaya göre Al_2O_3 partiküllerinin farklı basınçlarla uygulanması ve farklı boyutlarda olmasıyla açıklanabileceği düşünülmüştür. Henriques ve ark. (226) yaptıkları çalışmada, lazer uygulaması ile pürüzlendirilmiş farklı tipteki PEEK çeşitleri ile rezin siman arasındaki bağlantıyı değerlendirmişlerdir. Bu çalışmada, yüzeyi sülfürik asit ile pürüzlendirilmiş PEEK grupları, kontrol grubu olarak belirlenmiştir. Lazer uygulamalarından sonra doldurucusuz PEEK ile rezin siman arasındaki bağlanma dayanımı değeri kontrol grubundan daha düşük olduğu rapor edilmiştir. Bunun sebebi olarak lazerin PEEK yüzeyinde oluşturduğu delikli desenler arasına rezin simanın düzgün bir şekilde akamadığı ve istenen mekanik bağlantının sağlanamadığı şeklinde açıklanmıştır.

Çalışmamızdaki yüzey işlemlerinden en yüksek yüzey pürüzlülüğü değeri olmasına rağmen en düşük bağlanma dayanımı değeri Er, Cr: YsGG lazer uygulaması yapılan grupta tespit edilmiştir. Bunun sebebi olarak TEM görüntülerinde lazer atışının denk geldiği bölgede kabarcık şekillerin üzerinde oluşan kreterimsi alanların (Resim 29) hem adeziv hem de rezin simanının akışı için uygun yüzey oluşturmaması ve yine TEM görüntülerinde görüldüğü gibi hem adezivin hem de rezin simanın bu bölgelere doğru akamamasına (Resim 52) bağlı olarak iyi bağlanmanın sağlanamaması olarak düşünülmüştür.

Çağlar ve ark. (112), PEEK yüzeyine adeziv ajan kullanımının bağlanma dayanımını etkilerken, 10 Hz frekans ve 1,5 W güç parametrelerindeki Er-YAG lazerin bağlanma dayanımını etkilemediğini bildirmişlerdir. Çalışmamızda benzer olarak, kullandığımız Er: Cr: YsGG lazer bağlanma dayanımını etkilememiştir. Örnek çalışmadan farklı olarak çalışmamızda kullandığımız ultrahızlı fiber lazer bağlanma dayanımını pozitif yönde etkilemiştir. Bu farklılığın, çalışmamızda farklı lazer sistemlerinin tercih edilmesinden kaynaklanabileceği düşünülmüştür. Çağlar ve ark. (112)'nin yaptığı çalışmada 50 μm Al_2O_3 kumlama grubunun bağlanma dayanımı değeri lazer grubundan daha yüksek tespit edilmiştir. Bizim çalışmamızda da bu çalışmaya benzer olarak kumlama grubu tüm lazer gruplarından daha yüksek bağlanma dayanımı değeri göstermiştir.

Tsuka ve ark. (111)'nin PEEK ile rezin siman arasındaki bağlantıyı araştırdıkları çalışmada PEEK yüzeyine uygulanan nanosaniye atımlı Nd: YVO₄ lazer uygulanan gruplarında, kumlama ve kontrol grubuna kıyasla daha yüksek bağlanma dayanımı değeri gösterdiğini bildirmişlerdir. Bu durumun, lazer uygulaması sonucu açığa çıkan fonksiyonel grupların kimyasal adezyonu arttırmasından kaynaklandığını bildirmişlerdir (111). Çalışmamızda benzer olarak, ultrahızlı fiber lazer uygulanan grupta kontrol grubuna kıyasla daha yüksek bağlanma dayanımı değerleri elde edilmiştir, ancak lazer gruplarının bağlanma dayanımı değerleri kumlama grubundan daha düşüktür. Bu farklılık örnek çalışmada kumlama basınç değerinin farklı olmasından, adeziv materyal kullanılmamış olmasından, termal yaşlandırmanın örneklerin sadece suda bekletilmesiyle (37°C/24 saat) yapılmasından kaynaklanabileceği düşünülmüştür. Çalışmamızda farklı lazer sistemlerinin tercih edilmesinin başka bir neden olabileceği düşünülmüştür.

Ateş ve ark. (124) yapmış oldukları çalışmada PEEK yüzeyine uygulanan 50 μm Al_2O_3 kumlama uygulanan grubun ($10,97 \pm 2,88$ MPa) bağlanma dayanımı değeri Er: YAG lazer uygulanan gruba ($6,03 \pm 1,04$ MPa) ve yüzey işlemi yapılmamış kontrol grubuna (6,35

$\pm 1,21$ MPa) göre daha yüksek olduğu bildirilmiştir. Kumlama ve lazerin birlikte uygulandığı başka bir grubun ($12,09 \pm 2,08$ MPa) bağlanma dayanımı değeri kumlama grubuna göre istatistiksel olarak anlamlı fark göstermemiştir ($p>0,05$). Bu çalışmada PEEK yüzeyinin yalnızca Er:YAG lazerle işlem görmesinin kompozit veneer ile olan bağlantısında etkili olmadığı bildirilmiştir. Bizim çalışmamızda da benzer olarak, kumlama grubunun bağlanma dayanımı değeri diğer lazer gruplarından daha yüksek tespit edilmiştir. Çalışmamızda kullandığımız parametreleriyle Er, Cr: YsGG lazerin bağlantı dayanımını artırmada etkisiz olduğu görülmüştür.

Taha ve ark. (227) çalışmalarında, kombine edilmiş farklı yüzey işlemlerinin PEEK ile rezin kompozit materyal arasındaki bağlantı dayanımına etkisini incelemişlerdir. Yüzey işlemi uygulanmamış grubun bağlanma dayanım değeri 8.3 ± 0.6 MPa olarak bulunmuştur. $50 \mu\text{m Al}_2\text{O}_3$ kumlama ($17,4 \pm 2,4$ MPa) uygulanan, Er:YAG lazer uygulanan (10.1 ± 1.2 MPa), kumlama+ Er:YAG lazer ($22 \pm 1,3$ MPa) yüzey işlemleri uygulanan grupların bağlanma dayanımı değerleri 10 MPa üzerinde bulunmuştur. Özellikle lazer ile kumlama yüzey işlemleri birleştirildiğinde, bağlantı dayanımı değerinde artış görüldüğünü, kumlama işleminin lazer uygulamasından sonra daha standart bir yüzey oluşturduğunu, lazerin olumsuz etkisini nötralize ettiğini ve penetrasyona izin verdiğini vurgulamışlardır. Fakat Ateş ve ark. (124) PEEK yüzeylerinin Er:YAG lazer ile aşındırılmasının yüzey pürüzlülüğünü arttırdığını ancak rezin kompozit veneerin bağlantısını iyileştirmediğini bildirmiştir. Bu bulguyu, lazer tarafından oluşturulan ve rezin kompozitin akışını geciktirebilecek karmaşık yüzey topografisine bağlamışlardır. Bizim çalışmamızda da benzer olarak Er, Cr: YsGG lazerin bağlantıda etkisiz olmasının, lazerin PEEK yüzeyinde oluşturduğu karmaşık yüzey topografisinden dolayı rezin simanın akışının engellenmiş olabileceğini düşündürmüştür.

Genel olarak metal, seramik veya rezin içerikli materyallerin primer ve bonding bileşimleri farklıdır. Bu nedenle seramik veya metal primerlerin PEEK'e yeterli yapışmayı garanti etmesi beklenmez. Rosentritt ve ark. (27) yaptıkları çalışmada, alkol, aseton, metakrilat monomerleri veya silan gibi farklı bileşen içeren primerlerin PEEK ve rezin kompozit arasındaki bağlanma dayanımına etkisini değerlendirmişlerdir. Yapay yaşlandırma işleminden sonra etanol içeren primer uygulanan grup hariç diğer gruplar iyi adeziv özellik göstermişlerdir. Araştırmacılar çalışmalarında $50 \mu\text{m Al}_2\text{O}_3$ ile kumlanmış PEEK yüzeyine metal primer (Alloy Primer, Kuraray, Japonya) uygulanmış grup, kumlama sonrası seramik

primer (Clearfill Ceramic Primer, Kuraray, Japonya) uygulanmış gruba kıyasla bağlanma dayanımını önemli ölçüde artırdığını tespit etmişlerdir. Bizim çalışmamızda KuSP grubunun ($13,76 \pm 2,11$ MPa) bağlanma dayanımı değeri Ku grubu ($14,80 \pm 4,56$ MPa) ile istatistiksel olarak anlamlı fark göstermezken KuMP grubuna ($7,56 \pm 2,69$ MPa) göre bağlanma dayanımı değeri daha yüksek tespit edilmiştir. Çalışmamızdan farklı olarak Rosentritt ve ark. (27)'nin çalışmasında metal primerden sonra opak materyali uygulanması bağlantıyı artırmada etkili olmuş olabilir. Bizim çalışmamızda PEEK ile rezin siman arasındaki bağlantı dayanımı değerlendirilmişken araştırmacıların çalışmasında PEEK ile kompozit rezin materyal arasındaki bağlantı değerlendirilmiştir. Bilindiği gibi pürüzlendirilmiş PEEK yüzeyine yapıştırılacak materyalin akıcılığının, yoğunluğunun değişmesi materyalin peek yüzeyine olan penetrasyonunu dolayısıyla bağlantı dayanımını etkiler (5). Bu durum bizim çalışmamızın bağlantı değerleri sonuçlarının farklılığında etkili olmuş olabilir.

Spyropoulos ve ark. (215) yaptıkları çalışmada PEEK yüzeylerine $110 \mu\text{m}$ Al_2O_3 kumlama (Rocatec Pre) ve $30 \mu\text{m}$ silika kaplama (Cojet) işlemi uygulamışlardır. Ayrıca farklı içeriklere sahip adezivlerin, rezin siman ve PEEK arasındaki bağlanma dayanımı değerine etkisini araştırmışlardır. Elde edilen sonuçlara göre, silika kaplama işleminden sonra silan ajanı (ESPE Sil) ve metakrilat içeren bir bağlayıcı ajanın (Visio Bond) kombinasyonunun uygulandığı grupta en yüksek bağlanma değeri görülmüştür. Çalışmadaki diğer bir gruba silika kaplama işleminden sonra Clearfil Ceramic Primer ve adeziv ajan Visio.link kombine halde uygulanmıştır. Ancak, $110 \mu\text{m}$ kumlama işlemi ve Visio.link adeziv ajanı uygulanmış kontrol grubu ile bağlantı dayanımları istatistiksel olarak anlamlı fark göstermemiştir. Bizim çalışmamızda da benzer olarak kumlama sonrası seramik primer uygulanan grubun bağlanma dayanımı değeri kumlama grubuna göre istatistiksel olarak anlamlı fark göstermemiştir. Ayrıca ultrahızlı fiber lazer ve Er, Cr: YsGG lazer uygulanan grupların bağlanma dayanımı değerleri kendi içlerinde seramik primer uygulanan gruplarıyla karşılaştırıldığında istatistiksel olarak anlamlı fark göstermemiştir. Bu sonuç, seramik primerin içerdiği etanol solventi ile ilgili olabilir. Etanol, aşınmış PEEK yüzeyine daha derinden sızabilir. Bununla birlikte, primer aşındırılmış PEEK içinde kaybolduğundan ve hidrofobik adeziv ajan Visio.link ile daha az kimyasal etkileşime neden olabilir. Böylece silan içerikli seramik primer bağlantıda anlamlı bir farklılık oluşturmadığı düşünülmektedir.

Fuhrmann ve ark. (142), yapılan çalışmada farklı yüzey işlemleri uygulanan üç farklı tip poliarileterketon (PAEK) ile rezin siman arasındaki bağlantı dayanımını incelemişlerdir.

Bu üç ayrı PAEK için en yüksek bağlantı dayanımı değerini, silika kaplama (Rocatec Soft) + silan içerikli primer ajan (Monobond Plus) + MMA içerikli adeziv ajan (Luxatemp Glaze & Bond) uygulanmasının kombinasyonu ile elde edildiğini bildirmişlerdir. Silika partikül tabakası açıkça bir mikromekanik kilitlemeyi sağlarken silan içerikli primer uygulaması ile yüzeye gömülü silika partiküllerine ek bir kimyasal bağlantı oluşturur (228). Adeziv ajan kullanımı da özellikle silika içermeyen alanlarda yapışmayı sağlar (142). Çalışmamızda Al_2O_3 ile kumlama ve farklı lazer uygulamaları sonrası, yani silika partikülleri içermeyen PEEK yüzeyine, silan içerikli seramik primer uygulanmıştır. Bu nedenle seramik primer uygulamasının yüzey pürüzlendirme işlemleri sonrası bağlantıda istatistiksel olarak fark oluşturmadığı düşünülmektedir.

Kern ve ark. (83) yapılan çalışmada, uygulanan yüzey işlemlerinin PEEK ile geçici rezin kompozit materyal arasındaki bağlantıya etkisini incelemişlerdir. Sadece Al_2O_3 kumlama veya Al_2O_3 kumlama + seramik primer uygulamalarıyla PEEK ile geçici rezin kompozit materyal arasında bağlantı sağlanamadığı rapor edilmiştir. Silika kaplama + silan uygulamalarının (EspeSil ve Clearfil Ceramic Primer) ise PEEK yüzeyinde düşük bağlanma dayanımı değeri gösterdiği bildirilmiştir. Al_2O_3 kumlama sonrası MMA içerikli adeziv ajanın uygulandığı grup, diğer gruplara göre istatistiksel olarak yüksek bağlanma dayanımı değeri gösterdiği rapor edilmiştir. Bizim çalışmamızda da en yüksek bağlanma dayanımı değeri, Al_2O_3 kumlama ve Visio.link uygulanan grupta tespit edilmiştir. Sonuçlar göstermektedir ki MMA içerikli adeziv ajanın kullanımı, silan içerikli primer ajan kullanımından daha önceliklidir.

Çulhanoğlu ve ark. (113) yaptıkları çalışmada PEEK yüzeylerine %99'luk aseton uygulaması yapılmış grubun bağlanma dayanımı değeri (5.98 ± 1.54 MPa) yüzey işlemi yapılmamış kontrol grubuna (5.09 ± 2.14 MPa) göre istatistiksel olarak anlamlı farklılık göstermemiştir. Aseton içerikli metal primerin etkisini değerlendirdiğimiz çalışmamızda da bu çalışmaya benzer şekilde her iki lazerle yapılan yüzey işlemlerinden sonra metal primer uygulanması bağlantı dayanımı değerlerinde anlamlı farklılık göstermemiştir. Ancak metal primer uygulamasının kumlama işleminden sonra yapılması durumunda bağlantı dayanımını düşürmüştür. Adeziv primer ajanların çözücüsü, polimerlerin çapraz bağlanması için önemli bir faktördür. Çünkü primer ajanın polimere nüfuz etmesine yardımcı olur ve polimerizasyon substrat içinde başlar (78). Alloy Primer, kumlama yüzey işlemi uygulanmış PEEK yüzeyine daha derin nüfuz edebilen çözücü olarak

aseton içerir. Örnek çalışmaya benzer olarak aseton içerikli primerin bağlantıya pozitif etkisi olmamıştır. Asetonun PEEK yüzeyinden buharlaşmasından dolayı primer PEEK'in içinde kaybolup, adezyona olumsuz etki ettiği düşünülmektedir.

Rezin simanının PEEK'e bağlanma dayanımı yeterince yüksek olmadığı için bu çalışmada yüksek miktarda adeziv kırılma meydana geldi. PEEK yüzeyinde yapılan makaslama bağlanma dayanımı çalışmalarına göre adeziv tip kırılmalar en sık görülen hata tipidir. Araştırmacılar, bunu materyal ile rezin simanın bağlantısının yetersiz olmasına bağlamıştır (229). Miks kırılma ise esas olarak PEEK/rezin siman arayüzündeki kesme kuvvetlerinin düzensiz dağılımından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Çalışmamızda yüzey topoğrafisini değerlendirmek, yüzey pürüzlülüğü ve bağlanma dayanımı sonuçlarını daha detaylı yorumlayabilmek amacıyla TEM analizi yapıldı. Yüzey pürüzlülüğü sonuçlarıyla uyumlu olarak kontrol grubu daha pürüzsüz bir yüzey morfolojisi sergilerken, kumlanmış ve lazer uygulanmış gruplar daha düzensiz yüzey yapıları sergiledi. TEM görüntülerinde, kumlanmış PEEK numunelerinde büyük oluklara sahip homojen düzensiz fissürler izlendi. Bu yüzey, hem adeziv materyalin hem de rezin simanının akışı için uygun olduğu görüldü. Yüzeylerin topoğrafyası homojen düzensizlikler ile malzemenin yapıştırılacağı temas alanını da artırdı. TEM görüntülerinde; ultrahızlı fiber lazerin düzenli atışlardan kaynaklanan desen yapısı ile birlikte, lazer atışlarının denk geldiği kısımlarda polimer yapısının ablasyona uğramasından dolayı çukur alanlar izlendi. Wilson ve ark. (119) yapmış oldukları çalışmada, lazerin PEEK yüzeyinde etki ettiği alan arttıkça bağlanma dayanımının arttığını bildirmişlerdir. Dolayısıyla, ultrahızlı fiber lazer ile oluşturulan mikroçukurcuklar her ne kadar derin ve düzenli olsa da, lazerden etkilenmemiş bu geniş alanın ultrahızlı fiber lazerin bağlantı gücüne negatif etki ettiği söylenebilir. Er, Cr: YsGG lazer grubunun TEM görüntülerinde ise düzensiz kabarcık şekillerinin üzerinde krater tarzı makroretantif alanlar gözlemlendi ve lazerden etkilenmeyen bölgelerin ise düz alan yapısını koruduğu izlendi. Ultrahızlı fiber lazer uygulanmış örnekler gibi derin çukurlara rastlanmadı. Dolayısıyla çalışmamızda, Er, Cr: YsGG lazer grubunun ultrahızlı fiber lazer grubuna kıyasla daha düşük bağlanma dayanımı değerleri göstermiş olmasının, yüzeyde daha kısıtlı bir alanı etkilemesinden kaynaklanabileceği düşünüldü. Ayrıca Er, Cr: YsGG lazerle işlenmiş PEEK yüzeyleri karmaşık bir yapı halinde olduğundan adeziv materyalin ve rezin simanın malzeme üzerinde akmamış olabileceği düşünüldü.

Çalışmamızda yüzey kimyasının bağlanma dayanımı üzerine etkisini değerlendirmek amacı ile EDS analizi yapıldı. EDS analizi sonuçları değerlendirildiğinde kontrol grubuna kıyasla diğer tüm gruplarda oksijen (O) elementinin atomik konsantrasyon yüzdesinin arttığı, karbon (C) elementinin ise atomik konsantrasyon yüzdesinin azaldığı gözlenmiştir. Benzer çalışmalarda lazer uygulaması sonucu, yüzeyde C/O oranının azaldığı, O içeren fonksiyonel grupların açığa çıkarak kimyasal adezyonu ve bağlanma dayanımını arttırdığı bildirilmiştir (111, 119). Çalışmamızda kontrol grubuna (% 24,6) kıyasla en yüksek O elementi Ku grubunda (% 41,3) rastlandı. Bu da kumlama grubunda yüksek bağlanma dayanımı değerleri elde edilmesini açıklar niteliktedir. Genel olarak TEM/ EDS analizlerinin doğası gereği örnekler kontaminasyona maruz kalabilir. Örneklerin kirliliği en aza indirilebilir ancak tamamen önlenmesi zordur (230). TEM/ EDS analizine odaklanıldığında kontaminasyon kaynaklarından biri numunenin hazırlanması ve işlenmesi esnasında organik herhangi bir temas veya hava olabilir. Herhangi bir organik kontaminasyon, numune yüzeyinde karbon oluşumunu artırma eğilimindedir (230). Çalışmamızdaki EDS analizi sonucu karbon elementinin atomik konsantrasyon yüzdesinin düşük tespit edilmesi ise örneklerde kontaminasyonun az olduğuna işaret etmektedir.

İn vitro koşullarda çalışmanın limitasyonları olarak termal yaşlandırma uygulaması yapılmasına rağmen ağız içindeki sıvıların, ağız ortamı ıslısının, pH değişiminin ve okluzal yüklerin in vitro çalışma ortamı ile birebir yansıtılamayışı söylenebilir. Çeşitli faktörler sonuçları etkilediği için, lazerlerin farklı çıkış güçlerinde kullanılmasıyla, farklı metal ve seramik primerler ile kombine edilmesiyle daha kesin sonuçlara ulaşılabilecektir. Er, Cr: YsGG lazer uygulamasının manuel olarak gerçekleştirilmesi bu çalışmanın kısıtlamaları dahilindedir. PEEK esaslı restorasyonların simantasyonu için konvansiyonel ve rezin simanlar kullanılmasına rağmen, bu çalışmada sadece rezin siman değerlendirilmiştir. Farklı yapıştırma simanları ile ek karşılaştırmalı çalışmalar önerilir.

Bu in-vitro çalışmanın limitleri dahilinde elde edilen bulgular ışığında aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

1. PEEK materyaline uygulanan farklı yüzey işlemleri PEEK ile rezin siman arasındaki bağlanma dayanımını etkiledi.
2. En yüksek bağlanma dayanımı kumlama işlemi uygulanan grupta tespit edildi. PEEK yüzeylerini pürüzlendirmede kumlama işlemi standart bir işlem olarak uygulanabilir.

3. Ultrahızlı fiber lazer uygulaması 5W atım gücünde kontrol grubuna kıyasla daha yüksek bağlantı dayanım değeri oluşturdu. Buna rağmen literatürdeki değerlerle kıyaslayınca bağlanma değerlerinin klinik için yetersiz olduğu anlaşıldı.

4. PEEK yüzeyine yapılan yüzey işlemleri yüzey yapısını değiştirdi, farklı yüzey işlemleri farklı yüzey morfolojisi oluşturdu.

5. En yüksek yüzey pürüzlülük değerleri Er, Cr: YsGG lazer uygulaması yapılan grupta tespit edilmiştir. Bu örneklerin TEM görüntülerinde PEEK yüzeylerinde oluşan kraterimsi alanlara adezivin ve rezin simanın akamadığı görülmektedir. Buna bağlı olarak en düşük bağlantı dayanım değerleri Er, Cr: YsGG lazer uygulaması yapılan grupta görülmüştür.

6. 3W atım gücünde Er: Cr: YsGG lazer uygulamasının yüzey işlemi yapılmamış örneklerle kıyasla bağlantı dayanımı istatistiksel olarak anlamlı farklılık göstermediği için, Er, Cr: YsGG lazer uygulamasının bağlantı dayanımına önemli ölçüde etkisi olmadığı tespit edildi.

7. Metal primer uygulaması, kumlama işlemi sonrasında uygulandığında bağlantı dayanımını olumsuz etkiledi. Er, Cr: YsGG lazer ve ultrahızlı fiber lazer işlemi sonrası metal primer uygulaması ise bağlantıyı önemli bir şekilde etkilemedi. Sonuç olarak çalışmamızda metal primer uygulamasının PEEK ile rezin siman bağlantısını artırmada etkili olmadığı tespit edildi.

8. Seramik primer uygulamasının, kumlama ve ultrahızlı fiber lazer yüzey işlemi sonrası uygulandığında bağlantı dayanımına önemli bir etkisi olmadı.

9. Lazer uygulamalarının PEEK ile rezin siman arasındaki bağlantı dayanımına etki mekanizmasının tam olarak anlaşılabilmesi için ilave çalışmalara ihtiyaç vardır.

6. KAYNAKLAR

1. Swain M V., Coldea A, Bilkhair A, Guess PC (2016). Interpenetrating network ceramic-resin composite dental restorative materials. *Dental Materials* 32: 34–42.
2. Malkondu Ö, Tinastepe N, Akan E, Kazazoğlu E (2016). An overview of monolithic zirconia in dentistry. *Biotechnology and Biotechnological Equipment* 30: 644–652.
3. Bathala L, Majeti V, Rachuri N, Singh N, Gedela S (2019). The Role of Polyether Ether Ketone (Peek) in Dentistry - A Review. *Journal of medicine and life* 12: 5–9.
4. Silthampitag P, Chaijareenont P, Tattakorn K, Banjongprasert C, Takahashi H, Arksornnukit M (2016). Effect of surface pretreatments on resin composite bonding to PEEK. *Dental Materials Journal* 35: 668–674.
5. Stawarczyk B, Jordan P, Schmidlin PR, Roos M, Eichberger M, Gernet W, Keul C (2014). PEEK surface treatment effects on tensile bond strength to veneering resins. *Journal of Prosthetic Dentistry* 112: 1278–1288.
6. Uhrenbacher J, Schmidlin PR, Keul C, Eichberger M, Roos M, Gernet W, Stawarczyk B (2014). The effect of surface modification on the retention strength of polyetheretherketone crowns adhesively bonded to dentin abutments. *Journal of Prosthetic Dentistry* 112: 1489–1497.
7. Ma R, Tang T (2014). Current strategies to improve the bioactivity of PEEK. *International Journal of Molecular Sciences* 15: 5426–5445.
8. Kurtz SM, Devine JN (2007). PEEK biomaterials in trauma, orthopedic, and spinal implants. *Biomaterials* 28: 4845–4869.
9. Kurtz SM (2019). An Overview of PEEK Biomaterials. İçinde: Kurtz SM, editör. *PEEK Biomaterials Handbook*, 2. baskı New York: Elsevier Inc., ss 3–9. doi:10.1016/b978-0-12-812524-3.00001-6.
10. Simsiriwong J, Shrestha R, Shamsaei N, Lugo M, Moser RD (2015). Effects of microstructural inclusions on fatigue life of polyether ether ketone (PEEK). *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 51: 388–397.
11. Bismarck A, Hofmeier M, Dörner G (2007). Effect of hot water immersion on the performance of carbon reinforced unidirectional poly(ether ether ketone) (PEEK) composites: Stress rupture under end-loaded bending. *Composites Part A: Applied*

Science and Manufacturing 38: 407–426.

12. Ha SW, Hauert R, Ernst KH, Wintermantel E (1997). Surface analysis of chemically-etched and plasma-treated polyetheretherketone (PEEK) for biomedical applications. *Surface and Coatings Technology* 96: 293–299.
13. Wijers MC, Jin M, Wessling M, Strathmann H (1998). Supported liquid membranes modification with sulphonated poly(ether ether ketone). Permeability, selectivity and stability. *Journal of Membrane Science* 147: 117–130.
14. Boinard E, Pethrick RA, Macfarlane CJ (2000). The influence of thermal history on the dynamic mechanical and dielectric studies of polyetheretherketone exposed to water and brine. *Polymer* 41: 1063–1076.
15. Stober EJ, Seferis JC, Keenan JD (1984). Characterization and exposure of polyetheretherketone (PEEK) to fluid environments. *Polymer* 25: 1845–1852.
16. Searle OB, Pfeiffer RH (1985). Victrex poly(ethersulfone) (PES) and Victrex poly(etheretherketone) (PEEK). *Polymer Engineering and Science* 25: 474–476.
17. Skinner H (1988). Composite technology for total hip arthroplasty. *Clin Orthop Relat Res* 235: 224–36.
18. Lee WT, Koak JY, Lim YJ, Kim SK, Kwon HB, Kim MJ (2012). Stress shielding and fatigue limits of poly-ether-ether-ketone dental implants. *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials* 100 B: 1044–1052.
19. Rahmitasari F, Ishida Y, Kurahashi K, Matsuda T, Watanabe M, Ichikawa T (2017). PEEK with Reinforced Materials and Modifications for Dental Implant Applications. *Dentistry Journal* 5: 35.
20. Sandler J, Werner P, Shaffer MSP, Demchuk V, Altstädt V, Windle AH (2002). Carbon-nanofibre-reinforced poly(ether ether ketone) composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 33: 1033–1039.
21. Rho JY, Ashman RB, Turner CH (1993). Young's modulus of trabecular and cortical bone material: Ultrasonic and microtensile measurements. *Journal of Biomechanics* 26: 111–119.
22. Lewinstein I, Banks-Sills L, Eliasi R (1997). Finite element analysis of a new system (IL) for supporting an implant-retained cantilever prosthesis. *The*

International Journal of Oral & Maxillofacial Implants 10: 355–66.

23. Zafar MS, Ahmed N (2014). Nanoindentation and surface roughness profilometry of poly methyl methacrylate denture base materials. *Technology and Health Care* 22: 573–581.
24. Rees JS, Jacobsen PH (1993). The elastic moduli of enamel and dentine. *Clinical Materials* 14: 35–39.
25. Doruk Ş (2001). *Plastik enjeksiyon kalıplarının tasarım bakımından incelenmesi ve uygulamalı tasarım örneği*. İstanbul Teknik Üniversitesi.
26. Patel P, Hull TR, McCabe RW, Flath D, Grasmeder J, Percy M (2010). Mechanism of thermal decomposition of poly(ether ether ketone) (PEEK) from a review of decomposition studies. *Polymer Degradation and Stability* 95: 709–718.
27. Rosentritt M, Preis V, Behr M, Sereno N, Kolbeck C (2015). Shear bond strength between veneering composite and PEEK after different surface modifications. *Clinical Oral Investigations* 19: 739–744.
28. Stawarczyk B, Beuer F, Wimmer T, Jahn D, Sener B, Roos M, Schmidlin PR (2013). Polyetheretherketone - A suitable material for fixed dental prostheses? *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials* 101: 1209–1216.
29. Schmidlin PR, Stawarczyk B, Wieland M, Attin T, Hämmerle CHF, Fischer J (2010). Effect of different surface pre-treatments and luting materials on shear bond strength to PEEK. *Dental Materials* 26: 553–559.
30. Zhang G, Latour RA, Kennedy JM, Del Schutte H, Friedman RJ (1996). Long-term compressive property durability of carbon fibre-reinforced polyetheretherketone composite in physiological saline. *Biomaterials* 17: 781–789.
31. Sasuga T, Hagiwara M (1987). Radiation deterioration of several aromatic polymers under oxidative conditions. *Polymer* 28: 1915–1921.
32. Feerick EM, Kennedy J, Mullett H, FitzPatrick D, McGarry P (2013). Investigation of metallic and carbon fibre PEEK fracture fixation devices for three-part proximal humeral fractures. *Medical Engineering and Physics* 35: 712–722.
33. Hearle JWS (2001). Physical structure and fibre properties. İçinde: Woodings C,

editör. *Regenerated Cellulose Fibres* Cambridge: Woodhead Publishing Limited, ss 199–214.

34. Wang Q, Xue Q, Shen W (1997). The friction and wear properties of nanometre SiO₂ filled polyetheretherketone. *Tribology International* 30: 193–197.
35. Williams DF, McNamara A, Turner RM (1987). Potential of polyetheretherketone (PEEK) and carbon-fibre-reinforced PEEK in medical applications. *Journal of Materials Science Letters* 6: 188–190.
36. Sagomonyants KB, Jarman-Smith ML, Devine JN, Aronow MS, Gronowicz GA (2008). The in vitro response of human osteoblasts to polyetheretherketone (PEEK) substrates compared to commercially pure titanium. *Biomaterials* 29: 1563–1572.
37. Rivard CH, Rhalmi S, Coillard C (2002). In vivo biocompatibility testing of peek polymer for a spinal implant system: A study in rabbits. *Journal of Biomedical Materials Research* 62: 488–498.
38. Gornet MF, Chan FW, Coleman JC, Murrell B, Nockels RP, Taylor BA, Lanman TH, Ochoa JA (2011). Biomechanical assessment of a PEEK rod system for semi-rigid fixation of lumbar fusion constructs. *Journal of Biomechanical Engineering* 133.
39. Najeeb S, Zafar MS, Khurshid Z, Siddiqui F (2016). Applications of polyetheretherketone (PEEK) in oral implantology and prosthodontics. *Journal of Prosthodontic Research* 60: 12–19.
40. Alonso-Rodriguez E, Cebrián JL, Nieto MJ, Del Castillo JL, Hernández-Godoy J, Burgueño M (2015). Polyetheretherketone custom-made implants for craniofacial defects: Report of 14 cases and review of the literature. *Journal of Cranio-Maxillofacial Surgery* 43: 1232–1238.
41. Wang L, Weng L, Song S, Zhang Z, Tian S, Ma R (2011). Characterization of polyetheretherketone-hydroxyapatite nanocomposite materials. *Materials Science and Engineering A* 528: 3689–3696.
42. Tekin S, Cangül S, Adıgüzel Ö, Değer Y (2018). Areas for use of PEEK material in dentistry. *International Dental Research* 8: 84–92.
43. Zoidis P, Papathanasiou I, Polyzois G (2016). The Use of a Modified Poly-Ether-

- Ether-Ketone (PEEK) as an Alternative Framework Material for Removable Dental Prostheses. A Clinical Report. *Journal of Prosthodontics* 25: 580–584.
44. Benli M, Eker Gümüş B, Kahraman Y, Gökçen-Rohlig B, Evlioğlu G, Huck O, Özcan M (2020). Surface roughness and wear behavior of occlusal splint materials made of contemporary and high-performance polymers. *Odontology* 108: 240–250.
 45. Costa-Palau S, Torrents-Nicolas J, Brufau-De Barberà M, Cabratosa-Termes J (2014). Use of polyetheretherketone in the fabrication of a maxillary obturator prosthesis: A clinical report. *Journal of Prosthetic Dentistry* 112: 680–682.
 46. May R (1988). Polyetheretherketones. İçinde: Mark HF, Bikales NM, Overberger CG, Menges G, editörler. *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*, 3. baskı New York: Wiley–Blackwell, ss 313–320.
 47. Chen F, Gatea S, Ou H, Lu B, Long H (2016). Fracture characteristics of PEEK at various stress triaxialities. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 64: 173–186.
 48. Schwitalla A, Müller WD (2013). PEEK dental implants: A review of the literature. *Journal of Oral Implantology* 39: 743–749.
 49. Khonsari RH, Berthier P, Rouillon T, Perrin JP, Corre P (2014). Severe infectious complications after PEEK-derived implant placement: Report of three cases. *Journal of Oral and Maxillofacial Surgery, Medicine, and Pathology* 26: 477–482.
 50. Wenz LM, Merritt K, Brown SA, Moet A, Steffee AD (1990). In vitro biocompatibility of polyetheretherketone and polysulfone composites. *Journal of Biomedical Materials Research* 24: 207–215.
 51. Koch FP, Weng D, Krämer S, Biesterfeld S, Jahn-Eimermacher A, Wagner W (2010). Osseointegration of one-Piece zirconia implants compared with a titanium implant of identical design: A histomorphometric study in the dog. *Clinical Oral Implants Research* 21: 350–356.
 52. Maté Sánchez de Val JE, Gómez-Moreno G, Pérez-Albacete Martínez C, Ramírez-Fernández MP, Granero-Marín JM, Gehrke SA, Calvo-Guirado JL (2016). Peri-implant tissue behavior around non-titanium material: Experimental study in dogs. *Annals of Anatomy* 206: 104–109.

53. Schwitalla AD, Abou-Emara M, Zimmermann T, Spintig T, Beuer F, Lackmann J, Müller WD (2016). The applicability of PEEK-based abutment screws. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 63: 244–251.
54. Mathew MT, Abbey S, Hallab NJ, Hall DJ, Sukotjo C, Wimmer MA (2012). Influence of pH on the tribocorrosion behavior of CpTi in the oral environment: Synergistic interactions of wear and corrosion. *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials* 100 B: 1662–1671.
55. Sampaio M, Buciumeanu M, Henriques B, Silva FS, Souza JCM, Gomes JR (2016). Tribocorrosion behavior of veneering biomedical PEEK to Ti6Al4V structures. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 54: 123–130.
56. Neumann EAF, Villar CC, França FMG (2014). Fracture resistance of abutment screws made of titanium, polyetheretherketone, and carbon fiber-reinforced polyetheretherketone. *Brazilian Oral Research* 28: 1–5.
57. Koutouzis T, Richardson J, Lundgren T (2011). Comparative soft and hard tissue responses to titanium and polymer healing abutments. *Journal of Oral Implantology* 37: 174–182.
58. Hahnel S, Wieser A, Lang R, Rosentritt M (2015). Biofilm formation on the surface of modern implant abutment materials. *Clinical Oral Implants Research* 26: 1297–1301.
59. Zoidis P, Bakiri E, Polyzois G (2017). Using modified polyetheretherketone (PEEK) as an alternative material for endocrown restorations: A short-term clinical report. *Journal of Prosthetic Dentistry* 117: 335–339.
60. Ito M, Wee AG, Miyamoto T, Kawai Y (2013). The combination of a nylon and traditional partial removable dental prosthesis for improved esthetics: A clinical report. *Journal of Prosthetic Dentistry* 109: 5–8.
61. Sproesser O, Schmidlin PR, Uhrenbacher J, Eichberger M, Roos M, Stawarczyk B (2014). Work of adhesion between resin composite cements and PEEK as a function of etching duration with sulfuric acid and its correlation with bond strength values. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 54: 184–190.
62. Stawarczyk B, Eichberger M, Uhrenbacher J, Wimmer T, Edelhoff D, Schmidlin PR

- (2015). Three-unit reinforced polyetheretherketone composite FDPs: Influence of fabrication method on load-bearing capacity and failure types. *Dental Materials Journal* 34: 7–12.
63. Tipton P (2015). High performance polymers-Part one. *Private Dentistry* 1: 60–65.
 64. Carvalho AO, Bruzi G, Giannini M, Magne P (2014). Fatigue resistance of CAD/CAM complete crowns with a simplified cementation process. *Journal of Prosthetic Dentistry* 111: 310–317.
 65. Adem NAI (2018). *The effect of different surface treatments on shear bond strength of veneering composite to implant-based peek abutment* Yeditepe Üniversitesi.
 66. Panayotov IV, Orti V, Cuisinier F, Yachouh J (2016). Polyetheretherketone (PEEK) for medical applications. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* 27.
 67. Edie DD (1998). The effect of processing on the structure and properties of carbon fibers. *Carbon* 36: 345–362.
 68. Bradley JS, Hastings GW, Johnson-Nurse C (1980). Carbon fibre reinforced epoxy as a high strength, low modulus material for internal fixation plates. *Biomaterials* 1: 38–40.
 69. Petrovic L, Pohle D, Münstedt H, Rechtenwald T, Schlegel KA, Rupprecht S (2006). Effect of β TCP filled polyetheretherketone on osteoblast cell proliferation in vitro. *Journal of Biomedical Science* 13: 41–46.
 70. Abu Bakar MS, Cheang P, Khor KA (2003). Mechanical properties of injection molded hydroxyapatite–polyether ether ketone biocomposites. *Compos Sci Technol* 63: 421–425.
 71. Atkinson JR, Hay JN, Jenkins MJ (2001). Enthalpic relaxation in semi-crystalline PEEK. *Polymer* 43: 731–735.
 72. Wiesli MG, Özcan M (2015). High-Performance Polymers and Their Potential Application as Medical and Oral Implant Materials: A Review. *Implant Dentistry* 24: 448–457.
 73. Han CM, Lee EJ, Kim HE, Koh YH, Kim KN, Ha Y, Kuh SU (2010). The electron beam deposition of titanium on polyetheretherketone (PEEK) and the resulting enhanced biological properties. *Biomaterials* 31: 3465–3470.

74. Stawarczyk B, Bähr N, Beuer F, Wimmer T, Eichberger M, Gernet W, Jahn D, Schmidlin PR (2014). Influence of plasma pretreatment on shear bond strength of self-adhesive resin cements to polyetheretherketone. *Clinical Oral Investigations* 18: 163–170.
75. Georgiev J, Vlahova A, Kissov H, Aleksandrov S, Kazakova R (2018). Possible Application of Biohpp in Prosthetic Dentistry: a Literature Review. *Journal of IMAB - Annual Proceeding (Scientific Papers)* 24: 1896–1898.
76. Zhou L, Qian Y, Zhu Y, Liu H, Gan K, Guo J (2014). The effect of different surface treatments on the bond strength of PEEK composite materials (DEMA-D-13-00481). *Dental Materials* 30: e209–e215.
77. Lee KS, Shin MS, Lee JY, Ryu JJ, Shin SW (2017). Shear bond strength of composite resin to high performance polymer PEKK according to surface treatments and bonding materials. *Journal of Advanced Prosthodontics* 9: 350–357.
78. Hallmann L, Mehl A, Sereno N, Hämmerle CHF (2012). The improvement of adhesive properties of PEEK through different pre-treatments. *Applied Surface Science* 258: 7213–7218.
79. Chaijareenont P, Prakhamsai S, Silthampitag P, Takahashi H, Arksornnukit M (2018). Effects of different sulfuric acid etching concentrations on PEEK surface bonding to resin composite. *Dental Materials Journal* 37: 385–392.
80. Yee RSL, Zhang K, Ladewig BP (2013). The effects of sulfonated poly(ether ether ketone) ion exchange preparation conditions on membrane properties. *Membranes* 3: 182–195.
81. Zhai T, Di L, Yang D (2013). Study on the pretreatment of poly(ether ether ketone)/multiwalled carbon nanotubes composites through environmentally friendly chemical etching and electrical properties of the chemically metallized composites. *ACS Applied Materials and Interfaces* 5: 12499–12509.
82. Stawarczyk B, Keul C, Beuer F, Roos M, Schmidlin PR (2013). Tensile bond strength of veneering resins to PEEK: Impact of different adhesives. *Dental Materials Journal* 32: 441–448.
83. Kern M, Lehmann F (2012). Influence of surface conditioning on bonding to

- polyetheretherketon (PEEK). *Dental Materials* 28: 1280–1283.
84. Voicu R, Ellis TH, Ju H, Leech D (1999). Adsorption and desorption of electroactive self-assembled thiolate monolayers on gold. *Langmuir* 15: 8170–8177.
 85. Sonpingkam S, Pattavarakorn D (2014). Mechanical Properties of Sulfonated Poly (Ether Ether Ketone) Nanocomposite Membranes. *International Journal of Chemical Engineering and Applications* 5: 181–185.
 86. Keul C, Liebermann A, Schmidlin PR, Roos M, Sener B, Stawarczyk B (2014). Influence of PEEK surface modification on surface properties and bond strength to veneering resin composites. *Journal of Adhesive Dentistry* 16: 383–392.
 87. Chu PK, Chen JY, Wang LP, Huang N (2002). Plasma-surface modification of biomaterials. *Materials Science and Engineering: R: Reports* 36: 143–206.
 88. Gupta B, Hilborn J, Hollenstein C, Plummer CJG, Houriet R, Xanthopoulos N (2000). Surface modification of polyester films by RF plasma. *Journal of Applied Polymer Science* 78: 1083–1091.
 89. Comyn J, Mascia L, Xiao G, Parker BM (1996). Plasma-treatment of polyetheretherketone (PEEK) for adhesive bonding. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 16: 97–104.
 90. Hegemann D, Brunner H, Oehr C (2003). Plasma treatment of polymers for surface and adhesion improvement. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 208: 281–286.
 91. Occhiello E, Morra M, Guerrini GL, Garbassi F (1992). Adhesion properties of plasma-treated carbon/PEEK composites. *Composites* 23: 193–200.
 92. Myers ML (1991). The effect of laser irradiation on oral tissues. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 66: 395–397.
 93. Bass LS, Treat MR (1995). Laser tissue welding: A comprehensive review of current and future. *Lasers in Surgery and Medicine* 17: 315–349.
 94. Coluzzi DJ (2004). Fundamentals of dental lasers: science and instruments. *Dental Clinics of North America* 48: 751–70.
 95. Taş Keskin R (2006). *Kas iskelet sistemi hastalıklarında düşük enerjili lazer*

tedavisinin etkinliđi Dicle Üniversitesi.

96. Convissar R (2011). *Principles and practice of laser dentistry*, 2. baskı New York: Elsevier.
97. Moritz A, Beer F, Goharkhay K, Schoop U, Strassl M, Verheyen P (2006). *Oral laser application* Berlin: Quintessence.
98. Carroll L, Humphreys TR (2006). LASER-tissue interactions. *Clinics in Dermatology* 24: 2–7.
99. Kara E (2011). *Minedeki deneysel yüzeyel demineralizasyon üzerine Er: YAG lazer ve bazı koruyucu uygulamaların etkileri* Selçuk Üniversitesi.
100. Baxter GD, Diamantopoulos C (1994). *Therapeutic lasers: Theory and practice*, 1. baskı. (G. D. Baxter, editör) Edinburgh: Churchill Livingstone.
101. Algan S (2011). *Kronik periodontitis hastalarında başlangıç periodontal tedaviye yardımcı olarak kullanılan Er: Yag lazer ve topikal ozon uygulamasının klinik ve mikrobiyolojik olarak karşılaştırılmalı değeriendirilmesi* Yeditepe Üniversitesi.
102. Arslan S (2011). *Ultrasonik uç veya Er: Cr: YSGG lazer ile hazırlanan kök ucu kavitelerinde kök ucu dolgu materyali olarak kullanılan farklı adeziv sistemlerin apikal tıkama etkinliđi* Gazi Üniversitesi.
103. Coluzzi DJ (2000). An overview of laser wavelengths used in dentistry. *Dental Clinics of North America* 44: 753–765.
104. Önal B (1993). Diş sert dokularında lazer kullanımı. *Diş Hekimliđi Dergisi* 61–64.
105. Wigdor HA, Walsh JT, Featherstone JDB, Visuri SR, Fried D, Waldvogel JL (1995). Lasers in dentistry. *Lasers in Surgery and Medicine* 16: 103–133.
106. Gutknecht N (y.y.). *Proceedings of the 1st International Workshop of Evidence Based Dentistry on Lasers in Dentistry: Workshop in Vaals, the Netherlands* Quintessence Publishing Company (JP).
107. Akyıl MŞ, 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: 801–808.
108. Foxton RM, Cavalcanti AN, Nakajima M, Pilecki P, Sherriff M, Melo L, Watson TF

- (2011). Durability of resin cement bond to aluminium oxide and zirconia ceramics after air abrasion and laser treatment. *Journal of Prosthodontics* 20: 84–92.
109. Malkoç M, Demir N, Öğreten A (2015). , et al: Effect of new laser type on shear bond strength of acrylic teeth to denture base. *J Restorative Den* 3.
 110. Riveiro A, Soto R, Comesaña R, Boutinguiza M, Del Val J, Quintero F, Lusquiños F, Pou J (2012). Laser surface modification of PEEK. *Applied Surface Science* 258: 9437–9442.
 111. Tsuka H, Morita K, Kato K, Kimura H, Abekura H, Hirata I, Kato K, Tsuga K (2019). Effect of laser groove treatment on shear bond strength of resin-based luting agent to polyetheretherketone (PEEK). *Journal of Prosthodontic Research* 63: 52–57.
 112. Caglar I, Ates SM, Yesil Duymus Z (2019). An In Vitro Evaluation of the Effect of Various Adhesives and Surface Treatments on Bond Strength of Resin Cement to Polyetheretherketone. *Journal of Prosthodontics* 28: e342–e349.
 113. Çulhaoğlu AK, Özkır SE, Şahin V, Yılmaz B, Kılıçarslan MA (2020). Effect of Various Treatment Modalities on Surface Characteristics and Shear Bond Strengths of Polyetheretherketone-Based Core Materials. *Journal of Prosthodontics* 29: 136–141.
 114. Frentzen M, Koort H (1990). Lasers in dentistry: new possibilities with advancing laser technology? *International Dental Journal* 40: 323–332.
 115. White JM, Goodis HE, Rose CL (1991). Use of the pulsed Nd:YAG laser for intraoral soft tissue surgery. *Lasers in Surgery and Medicine* 11: 455–461.
 116. Özcan A, Müjde S (2016). Laser in Dentistry: Review. *Türkiye Klinikleri Journal of Dental Sciences* 22: 122–9.
 117. Spohr AM, Borges GA, Burnett LH, Mota EG, Oshima HMS (2008). Surface modification of In-Ceram Zirconia ceramic by Nd:YAG laser, Rocatec system, or aluminum oxide sandblasting and its bond strength to a resin cement. *Photomedicine and Laser Surgery* 26: 203–208.
 118. Noda M, Okuda Y, Tsuruki J, Minesaki Y, Takenouchi Y, Ban S (2010). Surface damages of zirconia by Nd:YAG dental laser irradiation. *Dental Materials Journal*

29: 536–541.

119. Wilson A, Jones I, Salamat-zadeh F, Watts JF (2015). Laser Surface Modification of Poly(etheretherketone) to Enhance Surface Free Energy, Wettability and Adhesion. *International Journal of Adhesion and Adhesives*. doi:10.1016/j.ijadhadh.2015.06.005.
120. Bader C, Krejci I (2006). Indications and limitations of Er : YAG laser applications in dentistry. *American Journal of Dentistry* 19: 178–86.
121. Akin H, Tugut F, Akin GE, Guney U, Mutaf B (2012). Effect of Er:YAG laser application on the shear bond strength and microleakage between resin cements and Y-TZP ceramics. *Lasers in Medical Science* 27: 333–338.
122. Akin H, Ozkurt Z, Kirmali O, Kazazoglu E, Ozdemir AK (2011). Shear bond strength of resin cement to zirconia ceramic after aluminum oxide sandblasting and various laser treatments. *Photomedicine and Laser Surgery* 29: 797–802.
123. Yavuz T, Özyılmaz ÖY, Dilber E, Tobi ES, Kiliç HŞ (2017). Effect of Different Surface Treatments on Porcelain-Resin Bond Strength. *Journal of Prosthodontics* 26: 446–454.
124. Ates SM, Caglar I, Yesil Duymus Z (2018). The effect of different surface pretreatments on the bond strength of veneering resin to polyetheretherketone. *Journal of Adhesion Science and Technology* 32: 2220–2231.
125. Ghasemi A, Kermanshah H, Ghavam M, Nateghifard A, Torabzadeh H, Zolfagharnasab K, Ahmadi H (2014). Effect of Er,Cr: YSGG laser treatment on microshear bond strength of zirconia to resin cement before and after sintering. *Journal of Adhesive Dentistry* 16: 377–382.
126. Üstün Ç (2007). The use of carbon dioxide laser in oral tissues. *ADO Journal of Clinical Sciences* 8: 55–62.
127. Jahandideh Y, Falahchai M, Pourkhalili H (2020). Effect of surface treatment with Er:Yag and CO2 lasers on shear bond strength of polyether ether ketone to composite resin veneers. *Journal of Lasers in Medical Sciences* 11: 153–159.
128. Popov S (2009). Fiber laser overview and medical applications. İçinde: Duarte FJ, editör. *Tunable fiber lasers*, 2. baskı New York: Taylor & Francis Group, s 213.

129. Duarte FJ (2009). Tunable laser applications. İçinde: Duarte FJ, editör. *Tunable fiber lasers*, 2. baskı New York: Taylor & Francis Group, s 79.
130. Ünal S (2013). *Fiber lazer sistemi ve farklı yüzey pürüzlendirme yöntemleri uygulayarak yüzeyi pürüzlendirilen zirkonya materyali ile dentin arasındaki bağlantı kuvvetinin in-vitro olarak değerlendirilmesi* Dicle Üniversitesi.
131. Erdoğan M, Öktem B, Kalaycıoğlu H, Yavaş S, Mukhopadhyay PK, Eken K, Özgören K, Aykaç Y, Tazebay UH, Ilday FÖ (2011). Texturing of titanium (Ti6Al4V) medical implant surfaces with MHz-repetition-rate femtosecond and picosecond Yb-doped fiber lasers. *Optics Express* 19: 10986.
132. Calvo-Guirado JL, Aguilar-Salvatierra A, Delgado-Ruiz RA, Negri B, Fernández MPR, Maté Sánchez de Val JE, Gómez-Moreno G, Romanos GE (2015). Histological and Histomorphometric Evaluation of Zirconia Dental Implants Modified by Femtosecond Laser versus Titanium Implants: An Experimental Study in Fox Hound Dogs. *Clinical Implant Dentistry and Related Research* 17: 525–532.
133. Aivazi M, Fathi M, Nejatidanesh F, Mortazavi V, HashemiBeni B, Matinlinna JP, Savabi O (2016). The evaluation of prepared microgroove pattern by femtosecond laser on alumina-zirconia nano-composite for endosseous dental implant application. *Lasers in Medical Science* 31: 1837–1843.
134. Kara HB, Dilber E, Koc O, Ozturk AN, Bulbul M (2012). Effect of different surface treatments on roughness of IPS Empress 2 ceramic. *Lasers in Medical Science* 27: 267–272.
135. Ates SM, Korkmaz FM, Caglar IS, Duymus ZY, Turgut S, Bagis EA (2017). The effect of ultrafast fiber laser application on the bond strength of resin cement to titanium. *Lasers in Medical Science* 32: 1121–1129.
136. Korkmaz FM, Aycan S (2019). Effect of fiber laser irradiation on the shear bond strength between acrylic resin and titanium. *Scanning* 2019.
137. Gaengler P, Hoyer I, Montag R, Gaebler P (2004). Micromorphological evaluation of posterior composite restorations - A 10-year report. *Journal of Oral Rehabilitation* 31: 991–1000.
138. Coessens V, Pintauer T, Matyjaszewski K (2000). Functionalized polymers by atom

- transfer radical polymerization. *ACS Symposium Series* 768: 347–360.
139. Asmussen E, Peutzfeldt A (2001). Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. *European Journal of Oral Sciences* 109: 282–285.
 140. Venz S, Dickens B (1993). Modified Surface-active Monomers for Adhesive Bonding to Dentin. *Journal of Dental Research* 72: 582–586.
 141. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2007). Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials* 28: 3757–3785.
 142. Fuhrmann G, Steiner M, Freitag-Wolf S, Kern M (2014). Resin bonding to three types of polyaryletherketones (PAEKs) - Durability and influence of surface conditioning. *Dental Materials* 30: 357–363.
 143. Sailer I, Pjetursson BE, Zwahlen M, Hämmerle CHF (2007). A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part II: Fixed dental prostheses. *Clinical Oral Implants Research* 18: 86–96.
 144. Lümke N, Eichberger M, Stawarczyk B (2017). Bonding to different PEEK compositions: The impact of dental light curing units. *Materials* 10: 10–13.
 145. Amaral R, Özcan M, Bottino MA, Valandro LF (2006). Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: The effect of surface conditioning. *Dental Materials* 22: 283–290.
 146. Dayangaç GB (2011). Adeziv Sistemler. *Kompozit Restorasyonlar* İstanbul: Quintessence Yayıncılık.
 147. O’Brein W (2002). Dental Materials and Their Selection, 3rd ed. *Quintessence Publishing Co Inc* Chicago.
 148. Isidor F, Odman P, Brøndum K (1996). Intermittent loading of teeth restored using prefabricated carbon fiber posts. *The International journal of prosthodontics* 9: 131–6.
 149. Monticelli F, Ferrari M, Toledano M (2008). Cement system and surface treatment selection for fiber post luting. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal* 13: 214–21.

150. Diaz-Arnold AM, Vargas MA, Haselton DR (1999). Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *The Journal of prosthetic dentistry* 81: 135–141.
151. Santos GC, Santos MJMC, Rizkalla AS (2009). Adhesive cementation of etchable ceramic esthetic Restorations. *Journal of the Canadian Dental Association* 75: 379–384.
152. Zaimoğlu A, Can G (2011). *Sabit Protezler, 2nd ed.* Ankara: Ankara Üniversitesi Basımevi.
153. Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ (1998). Dental luting agents: A review of the current literature. *The Journal of prosthetic dentistry* 80: 280–301.
154. Joynt RB, Wieczkowski G, Klockowski R, Davis EL (1987). Effects of composite restorations on resistance to cuspal fracture in posterior teeth. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 57: 431–435.
155. Chan KC, Boyer DB (1989). Curing Light-activated Composite Cement through Porcelain. *Journal of Dental Research* 68: 476–480.
156. Hofmann N, Papsthart G, Hugo B, Klaiber B (2001). Comparison of photo-activation versus chemical or dual-curing of resin-based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness. *Journal of Oral Rehabilitation* 28: 1022–1028.
157. Christensen GJ (1998). Posts and cores: State of the art. *Journal of the American Dental Association* 129: 96–97.
158. Banks RG (1990). Conservative posterior ceramic restorations: A literature review. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 63: 619–626.
159. Blatz MB, Dent M, Sadan A (2003). Ceramic bonding lit rev.pdf. *the Journal of Prosthetic Dentistry* 89: 268–274.
160. Garcia RN, Nascimento RF do, Gomes ACR, Giannini M, Miguel LCM, Moon PC (2012). Bond strength of resin cements to leucite-reinforced ceramics. *Rsbo* 9: 183–189.
161. Terry D, Blatz M (2010). Surface treatments for tooth-colored restorations: part I. *Dent Today* 29: 108–10.

162. Zorzin J, Petschelt A, Ebert J, Lohbauer U (2012). PH neutralization and influence on mechanical strength in self-adhesive resin luting agents. *Dental Materials* 28: 672–679.
163. Fu B, Sun X, Qian W, Shen Y, Chen R, Hannig M (2005). Evidence of chemical bonding to hydroxyapatite by phosphoric acid esters. *Biomaterials* 26: 5104–5110.
164. Hikita K, Van Meerbeek B, De Munck J, Ikeda T, Van Landuyt K, Maida T, Lambrechts P, Peumans M (2007). Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. *Dental Materials* 23: 71–80.
165. Ferracane JL, Stansbury JW, Burke FJT (2011). Self-adhesive resin cements - chemistry, properties and clinical considerations. *Journal of Oral Rehabilitation* 38: 295–314.
166. Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR, Ferrari M (2008). Self-adhesive resin cements: a literature review. *The journal of adhesive dentistry* 10: 251–8.
167. Viotti RG, Kasaz A, Pena CE, Alexandre RS, Arrais CA, Reis AF (2009). Microtensile bond strength of new self-adhesive luting agents and conventional multistep systems. *Journal of Prosthetic Dentistry* 102: 306–312.
168. Ibarra G, Johnson GH, Geurtsen W, Vargas MA (2007). Microleakage of porcelain veneer restorations bonded to enamel and dentin with a new self-adhesive resin-based dental cement. *Dental Materials* 23: 218–225.
169. Guarda GB, Gonçalves LS, Correr AB, Moraes RR, Sinhoret MAC, Correr-Sobrinho L (2010). Luting glass ceramic restorations using a self-adhesive resin cement under different dentin conditions. *Journal of Applied Oral Science* 18: 244–248.
170. De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2004). Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. *Dental Materials* 20: 963–971.
171. Pisani-Proença J, Erhardt MCG, Amaral R, Valandro LF, Bottino MA, Del Castillo-Salmerón R (2011). Influence of different surface conditioning protocols on microtensile bond strength of self-adhesive resin cements to dentin. *Journal of Prosthetic Dentistry* 105: 227–235.

172. Vanherles G, Braemt M, Lambrechtst P (1994). of Laboratory Fatigue 97–102.
173. Frankenberger R, Pashley DH, Reich SM, Lohbauer U, Petschelt A, Tay FR (2005). Characterisation of resin-dentine interfaces by compressive cyclic loading. *Biomaterials* 26: 2043–2052.
174. Papacchini F, Toledano M, Monticelli F, Osorio R, Radovic I, Polimeni A, García-Godoy F, Ferrari M (2007). Hydrolytic stability of composite repair bond. *European Journal of Oral Sciences* 115: 417–424.
175. Wendt J. SL, McInnes PM, Dickinson GL (1992). The effect of thermocycling in microleakage analysis. *Dental Materials* 8: 181–184.
176. Morresi AL, D’Amario M, Capogreco M, Gatto R, Marzo G, D’Arcangelo C, Monaco A (2014). Thermal cycling for restorative materials: Does a standardized protocol exist in laboratory testing? A literature review. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 29: 295–308.
177. Jang K, Chung D, Shin D, García-Godoy F (2001). Effect of eccentric load cycling on microleakage of Class V flowable and packable composite resin restorations. *Operative Dentistry* 26.
178. Gale MS, Darvell BW (1999). Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *Journal of Dentistry* 27: 89–99.
179. Jefferies S (1998). The art and science of abrasive finishing and polishing in restorative dentistry. *Dent Clin North Am* 42: 613–627.
180. Whiehead SA, Shearer AC, Watts DC, Wilson NHF (1995). Comparison of methods for measuring surface roughness of ceramic. *Journal of Oral Rehabilitation* 22: 421–427.
181. Zaimoğlu A, Can G, Ersoy E, Aksu L (1993). *Diş hekimliğinde maddeler bilgisi* Ankara: AÜ Basımevi.
182. Yañez MJ, Barbosa SE (2003). Changes in particle area measurements due to SEM accelerating voltage and magnification. *Microscopy Research and Technique* 61: 463–468.
183. Reardon S (1985). *The Operation of the Transmission Electron Microscope* (Microscopy Handbooks 2).

184. Chevalier J (2006). What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials* 27: 535–543.
185. Della Bona A, Anusavice KJ, Hood JAA (2002). Effect of ceramic surface treatment on tensile bond strength to a resin cement. *The International journal of prosthodontics* 15: 248–53.
186. Cengiz T, Mısırlıgil A, Aydın M, Tıp D, Genel Ö, Mikrobiyoloji, Güneş, Sayfa (2004). Tıp ve Diş Hekimliğinde Genel ve Özel Mikrobiyoloji 161–175.
187. Echlin P, Fiori CE, Goldstein J, Joy DC, Newbury DE (2013). *Advanced scanning electron microscopy and X-ray microanalysis* Springer Science and Business Media.
188. Transactions T, Techniczne C (2014). An analysis of the elemental composition of micro-samples using EDS technique. *Technical Transactions* 2014: 133–148.
189. Ayaz F, Tağtekin D, Yanıkoğlu F (2011). Dentine bağlanma ve değerlendirme metodları. *Atatürk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi* 2011: 49–56.
190. Yavuz T (2013). Farklı ısılarda uygulanan silanın cam seramiklerin yüzey yapısına ve bağlanma dayanımına etkisi. *Selçuk Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü*.
191. ISO I. TS 11405 (2003). Dental materials testing of adhesion to tooth structure. *Geneva Switz Int Organ Stand ISO Cent Secr*.
192. Perdigão J (2007). New Developments in Dental Adhesion. *Dental Clinics of North America* 51: 333–357.
193. Della Bona A, Van Noort R (1995). Shear vs. Tensile Bond Strength of Resin Composite Bonded to Ceramic. *Journal of Dental Research* 74: 1591–1596.
194. Andrade AM, Moura SK, Reis A, Loguercio A, Garcia EJ, Grande RHM (2010). Evaluating resin-enamel bonds by microshear and microtensile bond strength tests: Effects of composite resin. *Journal of Applied Oral Science* 18: 591–598.
195. Shono Y, Ogawa T, Terashita M, Carvalho RM, Pashley EL, Pashley DH (1999). Regional Measurement of Resin-Dentin Bonding as an Array. *Journal of Dental Research* 78: 699–705.
196. Hammad IA, Talic YF (1996). Designs of bond strength tests for metal-ceramic complexes: Review of the literature. *Journal of Prosthetic Dentistry* 75: 602–608.

197. El Zohairy AA, De Gee AJ, De Jager N, Van Ruijven LJ, Feilzer AJ (2004). The influence of specimen attachment and dimension on microtensile strength. *Journal of Dental Research* 83: 420–424.
198. Sano H, Ciucchi B, Matthews WG (1994). Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. *Journal of Dental Research* 73: 1205–1211.
199. Zoidis P (2018). The all-on-4 modified polyetheretherketone treatment approach: A clinical report. *Journal of Prosthetic Dentistry* 119: 516–521.
200. Zoidis P, Bakiri E, Papathanasiou I (2017). Modified PEEK as an alternative crown framework material for weak abutment teeth: a case report. *Gen Dent* 37–40.
201. Siewert B PM (2013). A new group of material in dentistry. PEEK as a framework material used in 12-piece implant-supported bridges. *Z Zahnarzt Implantol* 29: 148–59.
202. Bauer J, Costa JF, Carvalho CN, de Souza DN, Loguercio AD, Grande RHM (2012). Influence of alloy microstructure on the microshear bond strength of basic alloys to a resin luting cement. *Brazilian Dental Journal* 23: 490–495.
203. Rzanny A, Gobel F, Fachet M (2013). *BioHPP summary of results for material tests. Research Report.*
204. Fokas G, Guo CY, Tsoi JKH (2019). The effects of surface treatments on tensile bond strength of polyether-ketone-ketone (PEKK) to veneering resin. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 93: 1–8.
205. Seferli Z (2019). *İki farklı tip peek materyalinin kompozitile bağlanma dayanımının değerlendirilmesi* Kocaeli Üniversitesi.
206. Türkkal F (2019). *Farklı yüzey modifikasyon yöntemlerinin polieter eter keton (PEEK) materyalinin yüzey pürüzlülüğü ıslanabilirliği ve kompozit veneer materyali ile bağlanma dayanımı üzerine olan etkilerinin değerlendirilmesi* Kırıkkale Üniversitesi.
207. Stawarczyk B, Thrun H, Eichberger M, Roos M, Edelhoff D, Schweiger J, Schmidlin PR (2015). Effect of different surface pretreatments and adhesives on the load-bearing capacity of veneered 3-unit PEEK FDPs. *Journal of Prosthetic*

Dentistry 114: 666–673.

208. García-Sanz V, Paredes-Gallardo V, Bellot-Arcís C, Mendoza-Yero O, Doñate-Buendía C, Montero J, Albaladejo A (2017). Effects of femtosecond laser and other surface treatments on the bond strength of metallic and ceramic orthodontic brackets to zirconia. *PLoS ONE* 12: 1–11.
209. Tokar E, Polat S, Ozturk C (2019). Repair bond strength of composite to Er,Cr:YSGG laser irradiated zirconia and porcelain surfaces. *Biomedical Journal* 42: 193–199.
210. Chen, liang and In Suh B (2012). Bonding of Resin Materials to All-Ceramics : A Review Liang Chen and Byoung In Suh Research and Development , Bisco Inc ,. *Science Publications* 3: 7–17.
211. Kern M, Barloi A, Yang B (2009). Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *Journal of Dental Research* 88: 817–822.
212. Lümekemann N, Strickstock M, Eichberger M, Zylla IM, Stawarczyk B (2018). Impact of air-abrasion pressure and adhesive systems on bonding parameters for polyetheretherketone dental restorations. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 80: 30–38.
213. Ebnesajjad Sina (2010). *Handbook of Adhesives and Surface Preparation: Technology, Applications and Manufacturing*. St. Louis: Elsevier.
214. Sarac YS, Sarac D, Kulunk T, Kulunk S (2005). The effect of chemical surface treatments of different denture base resins on the shear bond strength of denture repair. *Journal of Prosthetic Dentistry* 94: 259–266.
215. Spyropoulos D, Kamposiora P, Zoidis P (2020). The Effect of Surface Pretreatment and Water Storage on the Bonding Strength of a Resin Composite Cement to Modified PEEK. *The European journal of prosthodontics and restorative dentistry* 28: 121–127.
216. Han L, Okamoto A, Fukushima M, Okiji T (2007). Evaluation of physical properties and surface degradation of self-adhesive resin cements. *Dental Materials Journal* 26: 906–914.
217. Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA (2004). In vitro shear bond strength of

- cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials. *Journal of Prosthetic Dentistry* 92: 265–273.
218. Kimura H, Tsuka H, Morita K, Hirata I, Nishio F, Abekura H, Doi K, Tsuga K (2022). Nd:YVO4 laser groove treatment can improve the shear bond strength between dental PEEK and adhesive resin cement with an adhesive system. *Dental Materials Journal*. doi:10.4012/dmj.2020-036.
 219. Ozdemir M, Sadikoglu H (1998). A new and emerging technology: Laser-induced surface modification of polymers. *Trends in Food Science and Technology* 9: 159–167.
 220. Moreno P, Méndez C, García A, Arias I, Roso L (2006). Femtosecond laser ablation of carbon reinforced polymers. *Applied Surface Science* 252: 4110–4119.
 221. ISO 10477: Dentistry polymer-based crown and bridge materials. International Standards Organization (ISO), Geneva, Switzerland. 2020. (y.y.). .
 222. Thurmond JW (1994). Effect of porcelain surface treatments on bond strengths of composite resin bonded to porcelain.
 223. Piwowarczyk A, Lauer H, Sorensen JA (2005). The shear bond strength between luting cements and zirconia ceramics after two pre-treatments. *Oper Dent* 30: 382–388.
 224. Schwitalla AD, Bötel F, Zimmermann T, Sütel M, Müller WD (2017). The impact of argon/oxygen low-pressure plasma on shear bond strength between a veneering composite and different PEEK materials. *Dental Materials* 33: 990–994.
 225. Oliveira V, Sharma SP, de Moura MFSF, Moreira RDF, Vilar R (2017). Surface treatment of CFRP composites using femtosecond laser radiation. *Optics and Lasers in Engineering* 94: 37–43.
 226. Henriques B, Fabris D, Mesquita-Guimarães J, Sousa AC, Hammes N, Souza JCM, Silva FS, Fredel MC (2018). Influence of laser structuring of PEEK, PEEK-GF30 and PEEK-CF30 surfaces on the shear bond strength to a resin cement. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 84: 225–234.
 227. Taha D, Safwat F, Wahsh M (2022). Effect of combining different surface treatments on the surface characteristics of polyetheretherketone-based core

- materials and shear bond strength to a veneering composite resin. *Journal of Prosthetic Dentistry* 1–7. doi:10.1016/j.prosdent.2022.01.004.
228. Attia A, Lehmann F, Kern M (2011). Influence of surface conditioning and cleaning methods on resin bonding to zirconia ceramic. *Dental Materials* 27: 207–213.
229. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental Materials* 26: 100–121.
230. Postek MT (1996). An approach to the reduction of hydrocarbon contamination in the scanning electron microscope. *Scanning* 18: 269–274.



ÖZGEÇMİŞ

