

## Derleme

# Zirkonya-rezin siman bağlantısını güçlendirmede kullanılan yüzey işlemleri

Neşet Volkan Asar,\* Merve Çakırbay

Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı, Gazi Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi, Ankara, Türkiye

## ÖZET

Zirkonya tam seramik kron ve köprüler, diş hekimleri ve hastalar tarafından üstün estetik ve mekanik özellikleri nedeniyle tercih edilmektedir. Zirkonya doğal diş benzeri görüntü sağlayan biyouyumlu bir materyaldir. Zirkonya restorasyonların dişe yapıştırılmasında genellikle rezin simanlar tercih edilmektedir. Zirkonya içerikli seramiklerin rezin simanla bağlantısı geleneksel cam seramiklerde kullanılan yöntemlerle sağlanamamaktadır. Çünkü zirkonya, silikadan yoksun, aside karşı dirençli ve polikristalin yapıda bir seramiktir. Son yıllarda, zirkonya ile yapıştırıcı ajanlar arasındaki bağlantı araştırmacıların çok önem verdikleri bir konu olmuştur. Bağlantıyı arttırmak için çok sayıda yöntem geliştirilmiş ve literatürde rapor edilmiştir. Bu derlemenin amacı, zirkonya-rezin siman bağlantısını güçlendirmede kullanılan yüzey işlemleri hakkında kapsamlı bilgi sunmaktır.

**ANAHTAR KELİMELELER:** Bağlanma dayanımı; lazerler; rezin siman; silanlar; yüzey özellikleri; zirkonya

**KAYNAK GÖSTERMEK İÇİN:** Asar NV, Çakırbay M. Zirkonya-rezin siman bağlantısını güçlendirmede kullanılan yüzey işlemleri. *Acta Odontol Turc* 2013;30(3):162-8.

[Abstract in English is at the end of the manuscript]

## GİRİŞ

Geleneksel tam seramikler estetik kaygıları karşılamak amacıyla piyasaya sunulmuş ve yaygın kullanım alanı bulmuştur. Ancak iyi bir estetik sunmalarına karşın yeterli mekanik özelliklere sahip değildirler. Bu nedenle çiğneme kuvvetlerinin yoğun olduğu bölgelerde ya da uzun dişsiz boşlukların restore edilmesinde kullanılmaları sorun oluşturmaktadır. Bu durum estetik açıdan geleneksel seramiklere alternatif özellikler sergileyen, aynı zamanda mekanik açıdan daha üstün olan zirkonya seramikleri gündeme getirmiştir. Zirkonya seramikler, sili-

ka bazlı seramiklerden daha yüksek dayanıklılık ve kırılma direnci gösterir ve metal destekli protezlerden daha estetikdir.<sup>1,2</sup> Geleneksel tam seramik kronların mekanik ve kimyasal yöntemlerle dişe simantasyonu başarılıdır. Mekanik simantasyon işleminde kullanılan en yaygın yöntem hidroflik asitle (HF) ve fosforik asitle ( $H_3PO_4$ ) yüzeyin pürüzlendirilmesi ve sonucunda mikromekanik bağlantının sağlanmasıdır.<sup>1,2</sup> Kimyasal simantasyon için ise silanlardan faydalanılır. Silanlar organik-benzeri materyaller ile (örn: rezin siman) organik olmayan materyaller arasında kimyasal bağlantı sağlayan çift fonksiyonlu bileşiklerdir.<sup>2,3</sup> Silika-bazlı seramiklerin simantasyonu için kullanılan bu yöntemler zirkonya seramiklerde etkin bir şekilde uygulanamamaktadır. Zirkonya, camsı faz ya da silika içermediğinden asitlemeyle yüzeyinin pürüzlendirilmesinde ve silanla kimyasal bağlantı elde edilmesinde sorunlar oluşmaktadır.<sup>2,4</sup> Zirkonyanın simantasyonunda karşılaşılan zorluklar nedeniyle alternatif bağlantı yöntemleri uygulamakta ve yeni yöntemler geliştirilmeye devam etmektedir.<sup>2</sup> Dolayısı ile bu derlemenin amacı, son dönemde geliştirilen yöntemleri de içine alacak şekilde zirkonya-rezin siman bağlantısını güçlendirmede kullanılan yüzey işlemleri ile ilgili kapsamlı bilgi sunmaktır.

## Kuflama

$Al_2O_3$  (alüminyum oksit veya alümina) ile kuflama işlemi yüksek dirençli seramik materyallerin yüzey işlemlerinde oldukça fazla tercih edilen bir yöntemdir. Bu yöntemde 30-250  $\mu m$  boyutlarında  $Al_2O_3$  partikülleri kullanılarak zirkonya yüzeyindeki yumuşak ve kontamine tabakalar uzaklaştırılır ve mikromekanik kilitleme için gerekli olan yüzey pürüzlülüğü ve düzensiz yüzey yapısı oluşturulur.<sup>5</sup> Bu işlem aynı zamanda yüzey gerilimini azaltmakta ve yüzeyin ıslanabilirliğini arttırmaktadır. Kuflama, hem laboratuarda hem de hasta başında uygulanabilen bir yöntemdir ve tek başına veya diğer yüzey işlemleri ile birlikte kullanılmaktadır.<sup>5</sup> Zirkonya seramiklerinin kuflanması işleminde farklı uygulama protokolleri mevcuttur. Bu protokollerden birisi; materyalin yüzeyine 10 mm mesafeden 13 sn boyunca 2.5 veya 2.8 bar basınçla tozların püskürtülmesi şeklindedir.<sup>4,6</sup> Kuflama işleminin rezin siman-zirkonya bağlantısında

Makale gönderiliş tarihi: 26 Kasım 2012; Yayına kabul tarihi: 04 Şubat 2013  
\*İletişim: Neşet Volkan Asar, Gazi Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi, Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı, 06510, Emek, Ankara, Türkiye;  
e-posta: nvolkan@gazi.edu.tr

etkin olduğunu gösteren çok sayıda çalışma mevcuttur.<sup>7-10</sup> Oyağüe ve ark.<sup>8</sup> çeşitli simanların yoğun sinterlenmiş zirkonyum oksit seramiklere bağlantısını incelemişler ve 125 µm boyutundaki Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tozları ile kumlama işleminin kontrol grubuna kıyasla tüm yapıştırıcı simanların bağlantısını arttırdığını belirtmişlerdir. Yun ve ark.<sup>10</sup> hem kumlamanın hem de kumlama ile birlikte metal primer uygulamasının Y-TZP (Yttrium-stabilized tetragonal zirconia) seramikleri ile rezin siman arasındaki makaslama bağlantı dayanıklılığını (shear bond strength) önemli ölçüde arttırdığını rapor etmişlerdir. Kumlama ve asitle dağlama ile farklı seramik grupların mikro yapısı arasındaki ilişkinin değerlendirildiği bir çalışmada 50 µm'lik Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile kumlamanın ardından %10'luk HF uygulamasının, In-Ceram Alumina (Vita Zahnfabrik, Bad Sackingen, Almanya), In-Ceram Zirkonya (Vita Zahnfabrik) ve Procera (Nobel Biocare, Nordic AB, İsveç) seramik sistemlerinin yüzey morfolojisinde herhangi bir değişiklik oluşturmadığı ve güçlü bağlantı için başka yöntemlerin gerekli olduğu önerilmiştir.<sup>7</sup> Kumlama işleminde farklı partikül boyutları ve farklı basınç uygulamalarının zirkonya-rezin siman bağlantısı üzerindeki etkileri de incelenmiştir. Procera marka zirkonya seramik ile farklı rezin simanlar [Panavia F2.0 (Kuraray, Tokyo, Japonya), RelyX ARC (3M ESPE, St. Paul, MN, ABD), RelyX Unicem (3M ESPE)] arasındaki bağlantı dayanıklılığı değerlendirildiğinde, aynı basınç (2.5 bar) altında 50 ve 100 µm'lik alümina partiküllerinin anlamlı derecede farklı bir bağlantı dayanıklılığı oluşturmadığı görülmüştür.<sup>9</sup> Farklı yüzey işlemlerinin indirekt kompozit ve zirkonya seramik (%94.4 ZrO<sub>2</sub>, %5.4 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) arasındaki makaslama bağlantı dayanıklılığına etkisinin incelendiği bir çalışmada, yüzeyi sadece tormalanarak elde edilmiş seramik grubu, yüzeyi 600-grit silisyum karbid zımpara ile ıslak bir ortamda aşındırılmış seramik grubu, yüzeyleri 0.05, 0.1, 0.2, 0.4 ve 0.6 MPa basınç altında 20 sn süreyle 10 mm mesafeden 50 µm boyutunda alümina ile kumlamış seramik grupları ve son olarak tormalanmış yüzeye 1 dk süreyle %9.5 HF uygulanmış seramik grubu olmak üzere sekiz grup karşılaştırılmıştır.<sup>11</sup> Bu sekiz gruptan 0.1, 0.2, 0.4 ve 0.6 MPa basınç altında kumlama yapılan gruplarda diğer gruplara kıyasla termosiklus uygulanması öncesi ve sonrasında anlamlı derecede daha yüksek bağlantı dayanıklılıkları elde edildiği belirtilmiştir.

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile kumlama işlemi bağlantıyı arttırmasının yanısıra yüksek dayanıklı seramiklerin yüzey bütünlüğüne zarar verebilmektedir.<sup>12</sup> Zirkonya seramiklerin mekanik özelliklerini olumsuz etkilememesi bakımından Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile kumlama işleminde uygulanan basıncın azaltılması veya kumlama yapılmaması önerilmektedir.<sup>12</sup> Kern ve ark.<sup>4</sup> 0.05 MPa düzeyinde düşük basınçla uygulanan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tozlarının bağlantı için yeterli yüzey pürüzlülüğünü sağladığını belirtmiştir.

## Dönen aletler ile pürüzlendirme

Bu yöntem zirkonya yüzeyinde aşındırma yapmak için kullanılan yöntemlerden birisidir. Seramik yüzeylerinin dönen aletlerle aşındırılması ile mekanik bağlantı sağlanır. Aşındırma işlemi silisyum karbid veya Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> aşındırıcı içeren zımparalar, disk şeklindeki aletler veya elmas frezlerle yapılmaktadır. Bu yöntemle yüzey hazırlığı yapılmasının en büyük avantajı ağız ortamında kolayca uygulanabilmesidir. Elmas frezler kullanıldığında diğer yöntemlere göre daha pürüzlü yüzeyler elde edilebilir.<sup>13</sup> Derand & Derand<sup>13</sup> çeşitli yapıştırıcı simanların zirkonyaya bağlantısını inceledikleri çalışmalarında, kontrol grubunu, çeşitli boyutlarda alümina tozları ile kumlama yapılan gruplarla ve elmas frezle yüzeyin aşındırıldığı grupla kıyaslamışlardır. Elmas frezle yüzeyin aşındırıldığı grupta diğer gruplara kıyasla daha fazla pürüzlülük görüldüğü ve bunun da daha yüksek miktarda bağlantı dayanıklılığı oluşturduğu sonucuna varılmıştır. İlaveten yüzeydeki pürüzlülüğün diğer pürüzlülük tiplerinden farklı olarak birbirine paralel kanalcıklar şeklinde olduğunu gösterilmiştir. Kumlama yönteminde olduğu gibi dönen aletlerle aşındırma işlemi seramik yüzeyinde çatlaklara neden olabilmektedir. Bu yüzey çatlakları seramiğin dayanıklılığını ve kırılma tokluğunu azaltabilmektedir.<sup>14</sup>

## Tribokimyasal silika kaplama

Silanlardan yararlanarak rezin siman ile kimyasal bağlantı oluşturabilmek için zirkonya yüzeyinin silika ile kaplandığı yöntemler geliştirilmiştir.<sup>14</sup> Metal alaşımların, alümina veya zirkonya seramik yüzeylerinin silika ile kaplandığı en yaygın yöntemlerden birisi tribokimyasal silika kaplama yöntemidir.<sup>15</sup> Bu yöntemde seramik yüzeyi, silika ile modifiye edilmiş alüminyum oksit tozları ile kumlanır. Çarpma hızıyla silika, seramik yüzeyinde 15 µm derinliğe gömülür ve silika ile modifiye olan yüzeyler silanla kimyasal bağlantı kuracak hale gelirler. Silan bağlı ajanların silika kaplı yüzeye uygulanmasıyla da kimyasal bağlantı sağlanır. Kumlama sonucu oluşan yüzey pürüzlülüğü ile kimyasal bağlantıya ilaveten mikromekanik retansiyon da elde edilebilmektedir. Laboratuvar ve klinikte kullanılabilen silika kaplama yöntemleri mevcuttur.<sup>15</sup> CoJet Sistemi (3M ESPE) klinikte kullanılabilen bir yöntem olup, CoJet kumları ve bir silan solüsyonu olan Espe-Sil'den (3M ESPE) oluşmaktadır.<sup>16</sup> Kumların çok küçük partikül boyutları sayesinde (30 µm) konvansiyonel aşındırıcılardan daha küçük mikro-retatif alanlar oluşabilmektedir. CoJet sisteminin zirkonyaya uygulanması şu şekildedir: 30 µm'lik silika ile modifiye edilmiş Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> partikülleri yüzeye dik olacak şekilde 0.28 MPa basınçla 15 sn süresince 10 mm mesafeden püskürtülür ve sonrasında silan ajanı olan Espe-Sil uygulanıp 5 dk sertleşmesine izin verilir.<sup>17</sup> Rocatec Sistemi (3M ESPE) ise laboratuvarda kullanılabilen bir yöntemdir. Bu yöntemde ilk olarak 100 µm boyutunda Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içeren Rocatec-Pre 0.28 MPa basınçla yüzeye püskürtülerek

mikro-retantif alanlar oluşturulur. Daha sonra 110 µm boyutunda silika ile modifiye edilmiş Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Rocatec-Plus veya 30 µm boyutunda silika ile modifiye edilmiş Rocatec-Soft ile ikinci kez 0.28 MPa basınçta, yüzeye 10 mm mesafeden, 13 sn boyunca kumlama işlemi yapılır.<sup>18</sup> Son olarak da Espe-Sil silan ajanı ile yüzey kaplanır ve 5 dk sertleşmesi için beklenir. Konu ile ilgili çalışmalar, tribokimyasal silika kaplama ve ardından silan uygulamanın zirkonya-rezin siman bağlantısını etkin bir şekilde arttırdığını göstermiştir. Valandro ve ark.<sup>19</sup> CoJet veya Rocatec sistemleriyle zirkonya yüzeyinin silika ile kaplanmasının ardından silan uygulanmasının, yüzeye sadece silan ya da sadece kumlama uygulanmasına kıyasla rezin simanla daha iyi bağlantı sağladığını bildirmişlerdir. Bir başka çalışmada herhangi bir yüzey işlemi uygulanmamış, sadece kumlanmış, sadece silanlanmış ya da Rocatec sistemiyle silika kaplanmış zirkonya örneklerin altı farklı rezin simanla bağlantısı incelenmiştir.<sup>20</sup> Rocatec sistemi ile silika kaplanan örneklerin en yüksek bağlantı dayanıklılığı gösterdiği ve bu sistemin kenar sızıntısını önlemede oldukça etkili bir sistem olduğu sonucuna varılmıştır. Monaco ve ark.<sup>21</sup> sinterlemeden önce veya sonra tribokimyasal kaplama sonrası zirkonya-rezin siman bağlantısını değerlendirmişler ve sinterlemeden önce uygulanan tribokimyasal silika kaplamanın etkili bir yöntem olmadığını ileri sürmüşlerdir. Farklı yüzey işlemlerinin etkinliğini kıyaslayan Della Bona ve ark.<sup>16</sup> tribokimyasal silika kaplamanın HF ile dağlama veya kumlamaya göre daha etkili bir yöntem olduğunu bildirmişlerdir. Tribokimyasal silika kaplama sonrasında rezin siman-zirkonya arasında oluşan bağlantının uzun dönem başarısını inceleyen bir çalışma, bağlantının uzun dönemde stabil bir bağlantı olmadığını ortaya koymuştur. Sebep olarak silikanın zirkonya yüzeyine güçlü bir şekilde bağlanamaması gösterilmiştir.<sup>4</sup> Silika, zirkonya yüzeyine, ağız içi ortamda yeterince stabil olmayan Van der Waals gibi zayıf fiziksel kuvvetlerle tutunmaktadır.<sup>22</sup> EDXS (Energy-dispersive X-ray spectroscopy) ve SEM (scanning electron microscopy) ile yapılan incelemelerde, zirkonya yüzeyini kaplayan silikanın basınçlı hava-su spreyi veya ultrasonik işlemle yüzeyden uzaklaştırılabildiği gösterilmiştir.<sup>23,24</sup> Bu durum silika ve zirkonya arasındaki bağlantının stabilitesi hakkında soru işaretleri oluşturmaktadır.<sup>23,24</sup>

### Silan uygulaması

Silanlar, silisyum (Si) atom veya atomlarını içeren çift fonksiyonlu inorganik ve organik bileşiklerdir. Silanın organik fonksiyonel kısmı rezin simanın organik matriksiyle reaksiyona girerken, alkali grupları inorganik maddelerle genellikle kovalent bağlar oluşturacak biçimde reaksiyona girer. Silan bağlı ajanlar uygulandığı malzemenin yüzey gerilimini azaltıp, ıslanabilirliği ve yüzey enerjisini artırarak etkin bir yapışma sağlarlar.<sup>18</sup> Silanlar

tek başlarına genellikle silika-bazlı seramiklerin yüzey işlemlerinde kullanılırlar ve kimyasal kovalent bağlar oluşturarak rezin siman ve seramik arasında bağlantı oluştururlar. Zirkonya seramiklerde silika mevcut olmadığından silanlar bu seramik tiplerinde hemen hemen hiç etkili değildirler. Zirkonya seramiklerinde silanlar genellikle tribokimyasal silika kaplama ile birlikte uygulanmaktadır.<sup>25,26</sup> Ancak silanlarla ilgili farklı bir uygulama Uo ve arkadaşlarının<sup>27</sup> çalışmasında görülmektedir. Tamamen sinterlenmiş YPSZ (Yttrium partially stabilized zirconia) seramik bloklara çeşitli simanların bağlantısı incelenmiş ve 125 mm'lik silisyum karbid tozları ile zirkonya blokların yüzeylerini kumlandıktan ve 10 sn fosforik asit uygulandıktan sonra bir grup seramik yüzeyine Clearfil Porcelain Bond Activator (PBA; Kuraray, Kurashiki, Japonya) ile Clearfil Linerbond IIS (Kuraray) karışımı 10 sn boyunca uygulanmıştır. Diğer bir grup seramik yüzeyine %10 metakriloksi-propil-trimeoksisilan-tolun (Kasei Kogyo, Tokyo, Japonya) solüsyonu uygulanmış, 60°C'de 1 saat süreyle ısıtılmış ve vakum altında sertleştirilmiştir. Daha sonra iki gruba da adeziv rezin siman uygulanarak seramik bloklar birbirine yapıştırılmıştır. Makaslama testi sonrasında, silan uygulanan ikinci grupta zirkonya-rezin siman bağlantı direncinin en yüksek değerde olduğu bulunmuştur.

### Primer uygulaması

Rezin siman ile kıymetli ve kıymetsiz metal alaşımları arasında kimyasal bağlantı sağlamak için çeşitli metal primerler geliştirilmiştir.<sup>28</sup> Metal primerler saf metal ve metal alaşımlarla kuvvetli bağlantı kurarlar çünkü metal yüzeyindeki oksitlere yatkındırlar.<sup>29</sup> Zirkonya yüzeyi titanyum yüzeyine benzer şekilde kolaylıkla ince bir pasif oksit tabakası ile kaplanmaktadır. Böylece zirkonya yüzeyi metallerin yüzey özelliklerine benzer bir hal almaktadır ve metal primer uygulanması için elverişli duruma gelmektedir. Son yıllarda rezin simanların silikadan yoksun zirkonya yüzeyine bağlantılarını arttırmak için 10-metakriloksidil dihidrojen fosfat (MDP) gibi organofosfat monomerleri içeren bağlantı ajanları veya primerler kullanılmaktadır.<sup>22,30</sup> Kumlama ile birlikte uygulanan MDP'nin YPSZ seramikleri ile rezin siman arasında stabil bir bağlantı oluşturabileceği ifade edilmiştir.<sup>30</sup> Chen & Suh'un<sup>22</sup> belirttiğine göre son yıllarda yapılan çalışmalarda, Metal/Zirconia Primer (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein), Monobond Plus (Ivoclar-Vivadent), Clearfil Ceramic Primer (Kuraray, Tokyo, Japonya), Signum Zirconia Bond (Heraeus Kulzer, Hanau, Almanya), AZ Primer (Shofu Inc., Kyoto, Japonya) ve Z-prime Plus (Bisco, Schaumburg, IL, ABD) gibi fosfat monomer içeren zirkonya primerler, rezin siman-zirkonya bağlantı dayanıklılığını hem başlangıçta hem de uzun dönemde önemli miktarda arttırmaktadır. Wegner & Kern<sup>31</sup>, MDP'nin rezin siman-zirkonya bağlantısında su-

ya dayanıklı kimyasal bir bağ oluşturduğunu ve 2 yıllık süre boyunca aradaki bağlantının korunduğunu ifade etmiştir. MDP dışında 4-META (4-metakriloksietil trimellitik anhidrid) ve MEPS (tiofosforik asit metakrilat) gibi diğer asidik monomerlerin de rezin siman-zirkonya bağlantısını güçlendirdiği ileri sürülmüştür.<sup>32</sup> 4-META, MEPS gibi asidik monomerlerin kullanımı metal oksitlerle ilave bağlantı sağlar. Bu asidik monomerler zirkonyadaki oksit gruplarıyla reaksiyona girer ve silika-bazlı seramiklerle silan arasındaki bağlantıya benzer bir bağlantı oluştururlar. Derand & Derand<sup>13</sup> ile Ernst ve ark.<sup>33</sup> 4-META içeren bir otopolimerizan rezin olan SuperBond C&B'nin (Sun Medical, Kyoto, Japonya) zirkonya ile MDP içeren rezin simanlardan daha güçlü bağlantı kurduğunu rapor etmişlerdir. Bunun sebebi olarak 4-META'da bulunan anhidrid grubun zirkonya ile olan bağlantısı gösterilmiştir. Ancak diğer bir çalışmada, 4-META'nın MDP den anlamlı derecede daha iyi sonuçlar verdiğini gösteren kesin bir kanıt olmadığı belirtilmiştir.<sup>14</sup> Metal alaşımlar için üretilmiş olan çeşitli metal primerlerin (Metalite, Tokuyama, Tokyo, Japonya; Metal Primer II, GC, Tokyo, Japonya; Alloy Primer, Kuraray, Tokyo, Japonya; Total Bond, Parkell, NY, ABD) zirkonya-rezin siman bağlantısına etkisi incelenmiş ve metal primerlerin uzun dönemde zirkonya-rezin siman arasındaki bağlantı dayanıklılığını arttırmadığı gösterilmiştir.<sup>34</sup> Yun ve ark.<sup>10</sup> tek başına zirkonya primer uygulamasının, 90 µm'lik Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile kumlama ile birlikte primer uygulamasına göre yetersiz sonuçlar verdiği ve tek başına zirkonya primer uygulamasının uzun dönemde garantili bir yöntem olmadığı sonucuna varmışlardır.

### Kloro-silan tekniği

Piascic ve ark.<sup>35</sup> rezin simanın zirkonya yüzeyine bağlantısını arttırmak için yeni bir teknik geliştirmiş ve bağlantıyı arttırdığını kanıtlamıştır. Bu teknik, buhar fazlı tabakalama tekniğiyle zirkonya yüzeyine silikon tetraklorit (SiCl<sub>4</sub>) içeren su buharı uygulanarak yüzeyde oldukça ince bir silika tabakası oluşturulması esasına dayanır. Böylece geleneksel silan uygulama işlemleri için yüzey hazırlanmış olur. SiCl<sub>4</sub> zirkonya yüzeyine buhar depozisyon cihazıyla uygulanır. 15 dk boyunca yüzeye su buharı ve SiCl<sub>4</sub> karışımı uygulandıktan sonra yüzeyde silika tabakası oluşur ve HCl gazı açığa çıkar. Yüzeyde oluşturulan tabakanın kalınlığı, uygulama zamanı ve depozisyon döngülerinin sayısı ile ayarlanabilir.<sup>35</sup> Smith ve ark.<sup>2</sup> klorosilan tekniği ve tribokimyasal silika kaplama tekniği uygulanmış zirkonya ile rezin siman bağlantısının benzer değerlerde olduğunu ancak bu değerlerin silika içerikli seramik ile rezin siman bağlantısından daha düşük olduğunu bulmuşlardır. Klorosilan yöntemiyle oluşturulan silika tabakasının kalınlığı bağlantının dayanıklılığını etkilemektedir. Kalınlık arttıkça uzun dönemde bağlantı dayanıklılığı azalmaktadır.<sup>35</sup>

### Deneysel sıcak asit solüsyonu

Metal ya da metal alaşım yüzeylerinin şekillendirmesinde kullanılan bu yöntem son zamanlarda zirkonya seramiklerin yüzeyinin şekillendirilmesinde de kullanılmaktadır.<sup>36</sup> Bu yöntem, 100°C sıcaklıktaki metanol (800 ml), %37'lik HCl (200 ml) ve Fe<sub>2</sub>Cl<sub>3</sub> (ferrik klorid; 2 g) karışımını içeren solüsyonda, zirkonyanın 10 dk, 30 dk ya da 60 dk bekletilmesi ile etkin olur.<sup>37</sup> İşlem sonucunda zirkonya yüzeyindeki pürüzlülüğün arttığı rapor edilmiştir.<sup>37</sup> Yapılan bir çalışmada, 125 mm'lik Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile kumlanmış, selektif infiltrasyon etching (SIE) ve deneysel sıcak asit solüsyonu uygulanmış üç ayrı test grubu ve kontrol grubu zirkonya örnekleri ile rezin siman bağlantısı değerlendirilmiştir.<sup>38</sup> SIE ve deneysel sıcak asit solüsyonu uygulanan örnekler için diğer gruplardan anlamlı derecede daha yüksek bağlanma değerleri elde edilmiştir. Farklı zirkonya seramiklerinin kullanıldığı bir çalışmada, SIE ve deneysel sıcak asit uygulamanın yüzey topografisine etkisini incelenmiş ve SIE'nin etkinliğinin zirkonya seramik tipine göre değişken olmasına rağmen, deneysel sıcak asit solüsyonu uygulamasının istisnasız tüm seramiklerin yüzeyinde pürüzlülüğü arttırdığı belirtilmiştir.<sup>36</sup>

### SIE yöntemi

Aboushelib ve ark.<sup>39</sup> tarafından geliştirilen SIE yönteminde, tamamen sinterlenmiş zirkonyanın yüzeyine akıcı kıvamdaki sıvı camın uygulanmasıyla nano düzeyde pöröz ve aşınmış bir yüzey oluşturulması amaçlanmıştır. Akıcı kıvamdaki sıvının camın yüzeyde tutunması, tam sinterlenmiş zirkonyanın gren sınırlarının değişmesine ve grenler arasında nanometrik düzeyde boşluklar oluşmasına neden olan Heat-Induced Maturation (HIM) tekniği ile sağlanır.<sup>39</sup> Yeni bir teknik olan HIM işleminde, zirkonya gren sınırları iki kısa termal siklus altında strese maruz bırakılır ve gren sınırlarında stres oluşturulur. Daha sonra diğer materyallerin bu gren sınırlarına infiltre olması sağlanır. HIM ile değiştirilip sabitlenen gren sınırlarına ince bir infiltrasyon ajanı uygulanır. Yarı sıvı formdaki cam, grenlerin arasına infiltre olarak yüzey gerilimini ve kapiller kuvvetleri artırır. Böylece grenlerin yeniden konumlanmasını ve grenler arasında üç boyutlu pöröz bir ağ oluşumunu sağlar. SIE ile oluşturulan pörözitelere adeziv rezinin infiltre olması sonucunda dayanıklı nanomekanik bağlantı sağlanır. Yüzeyde zirkonyanın zayıflamasına neden olan hasar ya da aşırı pürüzlülük oluşmaz.<sup>39</sup>

SIE yönteminde uygulama prosedürü; ince bir tabaka infiltrasyon ajanının [SiO<sub>2</sub> (%65), Na<sub>2</sub>O (%15), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (%8), Li<sub>2</sub>O (%3), B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (%4), CaF<sub>2</sub> (%5)] zirkonya yüzeyine uygulanmasını takiben zirkonyanın elektrikli indüksiyon fırınında 750°C'de 1 dk, 650°C'de 1 dk ve tekrar 750°C'de 20 dk fırınlanması şeklindedir.<sup>37</sup> Daha sonra zirkonya oda sıcaklığında soğumaya bırakılır. Yüzeyde kalan artık infiltrasyon ajanının uzaklaştırılması için HF solüsyonunda ultrasonik temizleme yapılır.<sup>37</sup>



Casucci ve ark.<sup>38</sup> SIE ve deneysel sıcak asitleme yöntemlerinin zirkonya yüzeyini pürüzlendirerek mikromekanik retansiyon için uygun bir yüzey oluşturduğunu ve kumlama ile kıyaslandığında, rezin siman ile daha güçlü bağlantı sağladığını bildirmişlerdir. SIE işlemi, farklı zirkonya yapılarında farklı sonuçlara neden olabilmektedir.<sup>36</sup> Aboushelib ve ark.<sup>39,40</sup> yaptıkları çalışmada, SIE yönteminin rezin siman ile zirkonya arasında oldukça dayanıklı ve stabil bağlantı oluşturduğunu belirtmişlerdir. SIE ve kumlama uygulanmış zirkonya örneklerinin rezin siman ile bağlantısı 1, 2, 3 ve 4. haftalarda karşılaştırılmış ve SIE yönteminin kumlama ile daha güçlü bağlantı oluşturduğunu tespit edilmiştir.<sup>39</sup>

### Lazer ile pürüzlendirme

Lazer ışığı; tek renkli olması (monokromatik), doğrusal olması (kolime) ve ışığı oluşturan fotonların aynı fazda olması (koherans) özellikleriyle diğer ışıklardan ayrılır. Bu özelliklerin sonucu olarak lazer ışığı, güçlü ve kontrol edilebilir bir ışık haline gelir. Tek renkli olması sayesinde hedeflenen dokulara etki ederken, çevre doku tahribatı en az seviyede olduğundan tıpta ve diş hekimliğinde kullanılması mümkün olmaktadır. Buna lazerin doku seçici özelliği denir.<sup>41</sup> Seramik iç yüzeylerinin lazerle pürüzlendirilerek mikromekanik kilitlenmenin artırılması oldukça yeni bir yöntemdir ve elde edilen ilk sonuçların oldukça ümit verici olduğu ifade edilmiştir.<sup>42</sup> Spohr ve ark. farklı yüzey işlemi uygulanmış In-Ceram Zirkonya (Vita Zahnfabrik) grupları (Grup 1: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile kumlama+silan, Grup 2: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile kumlama+Rocatec Plus+silan, Grup 3: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile kumlama+Nd:YAG lazer+silan) ile Panavia Fluoro Siman (Kuraray, Tokyo, Japonya) arasındaki bağlantı dayanıklılığını değerlendirmişler ve lazer ile pürüzlendirmenin anlamlı derecede daha güçlü bağlantı oluşturduğunu kanıtlamışlardır.<sup>42</sup> Karbondioksit lazerin kullanıldığı bir çalışmada, lazerin yüzey pürüzlülüğünü arttırmadığı ancak kumlama, asitleme ve kontrol gruplarına göre daha yüksek bağlantı dayanıklılığı oluşturduğunu gösterilmiştir.<sup>43</sup> Calvalcanti ve ark.<sup>44</sup> yüzeye 400 mJ ve 600 mJ yoğunlukta Er:YAG lazer uygulanmasının yüzey pürüzlülüğünü arttırdığını ifade etmişlerdir. Foxton ve arkadaşlarına<sup>45</sup> göre, Er:YAG lazer (200 mJ) ile yüzey pürüzlendirilmesi uzun dönemde zirkonya rezin siman bağlantısında başarılı bir yöntem değildir. Çeşitli lazer tiplerinin kullanıldığı bir çalışmada, Karbondioksit ve Er:YAG lazerler ile yüzey pürüzlendirmesinin zirkonya-rezin siman bağlantısını güçlendirdiği, Nd:YAG lazerin ise ancak kumlama ile beraber uygulandığında etkin bir pürüzlendirme sağladığı belirtilmiştir.<sup>46</sup>

### Gaz-faz florinasyon tekniği

Bu teknik ile zirkonya yüzeyinde oksiflorid dönüşüm tabakası oluşturulur. Flor içeren plazma zirkonya yüzeyine uygulanır ve zirkonya yüzeyi daha reaktif olan zirkonya

oksifloride dönüştürülür. Bu tabaka, yüzeyin silanlarla reaktivitesini artırarak zirkonya ve dental kompozitler arasında daha yüksek bağlantı kuvvetleri oluşturmaktadır.<sup>47</sup> Piascik ve ark.<sup>48</sup> sadece kulanmış, sadece polisajlanmış, polisajlanmış+2 dk flor uygulanmış, kulanmış+20 sn flor uygulanmış, kulanmış+2 dk flor uygulanmış, kulanmış+5 dk flor uygulanmış zirkonya örneklerinin rezin siman bağlantısını değerlendirmişlerdir. Deneysel sonuçlarında, polisajlanmış+2 dk florlanmış yüzeylerde sadece kulanmış yüzeylerden daha yüksek makaslama bağlantı değerleri elde edilmiştir. En yüksek değerler kulanıldıktan sonra 2 dk ve 5 dk flor uygulanmış örneklerde görülmüştür. Bu çalışma sonucunda flor uygulama süresi arttıkça bağlantının güçlendiği ve bu yöntem ile silan ve metal primer ihtiyacının ortadan kalabileceği rapor edilmiştir.

### SONUÇ

Sonuç olarak, mevcut yüzey işlemlerinin zirkonya-rezin siman bağlantısını arttırdığı belirtilmesine rağmen gelişen noktada hangi yöntemin klinikte öncelikli olması konusunda ortak bir görüş bulunmamaktadır. Bunun için mevcut yöntemlerin bir arada kullanıldığı kapsamlı ve uzun süreli klinik çalışmalara ihtiyaç vardır.

**Çıkar çatışması:** Yazarlar bu çalışmayla ilgili herhangi bir çıkar çatışmalarının bulunmadığını bildirmişlerdir.

### KAYNAKLAR

1. Blatz MB, Sadan A, Kern M. Bonding to silica based ceramics: clinical and laboratory guidelines. *Quintess Dent Technol* 2002;25:54-62.
2. Smith RL, Villanueva C, Rothrock JK, Garcia-Godoy CE, Stoner BR, Piascik JR, et al. Long-term microtensile bond strength of surface modified zirconia. *Dent Mater* 2011;27:779-85.
3. Akgungor G, Sen D, Aydin M. Influence of different surface treatments on the short-term bond strength and durability between a zirconia post and a composite resin core material. *J Prosthet Dent* 2008;99:388-99.
4. Kern M, Wegner SM. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 1998;14:64-71.
5. Amaral R, Ozcan M, Bottino MA, Valandro LF. Microtensile bond strength of a resin cement to glass infiltrated zirconia-reinforced ceramic: the effect of surface conditioning. *Dent Mater* 2006;22:283-90.
6. Blatz MB, Sadan A, Martin J, Lang B. In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling. *J Prosthet Dent* 2004;91:356-62.
7. Borges GA, Sophr AM, de Goes MF, Sobrinho LC, Chan DC. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent* 2003;89:479-88.
8. de Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R. Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic. *Dent Mater* 2009;25:172-9.
9. Phark JH, Duarte S Jr, Blatz M, Sadan A. An in vitro evaluation of the long-term resin bond to a new densely sintered high-purity zirconium-oxide ceramic surface. *J Prosthet Dent* 2009;101:29-38.
10. Yun JY, Ha SR, Lee JB, Kim SH. Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic. *Dent Mater* 2010;26:650-8.

11. Komine F, Fushiki R, Koizuka M, Taguchi K, Kamio S, Matsumura H. Effect of surface treatment on bond strength between an indirect composite material and a zirconia framework. *J Oral Sci* 2012;54:39-46.
12. Sato H, Yamada K, Pezzotti G, Nawa M, Ban S. Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment. *Dent Mater J* 2008;27:408-14.
13. Dérand P, Dérand T. Bond strength of luting cements to zirconium oxide ceramics. *Int J Prosthodont* 2000;13:131-5.
14. Thompson JY, Stoner BR, Piascik JR, Smith R. Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: where are we now? *Dent Mater* 2011;27:71-82.
15. Uludamar A, Akalin B. Zirkonyum esaslı tam seramik restorasyonlarda simantasyon öncesi yüzey hazırlıkları. *Cumhuriyet Dent J* 2011;14:140-53.
16. Della Bona A, Borba M, Benetti P, Cecchetti D. Effect of surface treatments on the bond strength of a zirconia-reinforced ceramic to composite resin. *Braz Oral Res* 2007;21:10-5.
17. Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC, Aka PS. Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin *J Prosthet Dent* 2006;95:430-6.
18. Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces-an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *J Oral Rehabil* 2007;34:622-30.
19. Valandro LF, Ozcan M, Amaral R, Vanderlei A, Bottino MA. Effect of testing methods on the bond strength of resin to zirconia-alumina ceramic: microtensile versus shear test. *Dent Mater J* 2008;27:849-55.
20. Tsukakoshi M, Shinya A, Gomi H, Lassila LV, Vallittu PK, Shinya A. Effects of dental adhesive cement and surface treatment on bond strength and leakage of zirconium oxide ceramics. *Dent Mater J* 2008;27:159-71.
21. Monaco C, Cardelli P, Scotti R, Valandro LF. Pilot evaluation of four experimental conditioning treatments to improve the bond strength between resin cement and Y-TZP ceramic. *J Prosthodont* 2011;20:97-100.
22. Chen L, Suh BI. Bonding of resin materials to all-ceramics: a review. *Curr Res Dent* 2012;3:7-17.
23. Chen L, Suh BI, Kim J, Tay FR. Evaluation of silica coating techniques for zirconia bonding. *Am J Dent* 2011;24:79-84.
24. Nishigawa G, Maruo Y, Irie M, Oka M, Yoshihara K, Minagi S, *et al*. Ultrasonic cleaning of silica-coated zirconia influences bond strength between zirconia and resin luting material. *Dent Mater J* 2008;27:842-8.
25. Lung H, Kukk E, Matinlinna JP. Shear bond strength between resin and zirconia with two different silane blends. *Acta Odontol Scand* 2012;70:405-13.
26. Matinlinna JP, Lassila LV. Enhanced resin-composite bonding to zirconia framework after pretreatment with selected silane monomers. *Dent Mater* 2011;27:273-80.
27. Uo M, Sjögren G, Sundh A, Goto M, Watari F, Bergman M. Effect of surface condition of dental zirconia ceramic (Denzir) on bonding. *Dent Mater J* 2006;25:626-31.
28. Yoshida K, Taira Y, Matsumura H, Atsuta M. Effect of adhesive metal primers on bonding a prosthetic composite resin to metal. *J Prosthet Dent* 1993;69:357-62.
29. Kitayama S, Nikaido T, Takahashi R, Zhu L, Ikeda M, Foxton RM, *et al*. Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent Mater* 2010;26:426-32.
30. Tanaka RA, Fujishima Y, Shibata Y, Manabe A, Miyazaki Y. Cooperation of phosphate monomer and silica modification on zirconia. *J Dent Res* 2008;87:666-70.
31. Wegner SM, Kern M. Long-term resin bond strength to zirconia ceramic. *J Adhes Dent* 2000;2:139-47.
32. Tsuo Y, Yoshida K, Atsuta M. Effects of alumina-blasting and adhesive primers on bonding between resin luting agent and zirconia ceramics. *Dent Mater J* 2006;25:669-74.
33. Ernst CP, Cohnen U, Stender E, Willershausen B. In vitro retentive strength of zirconium oxide ceramic crowns using different luting agents. *J Prosthet Dent* 2005;93:551-8.
34. Dias de Souza GM, Thompson VP, Braga RR. Effect of metal primers on microtensile bond strength between zirconia and resin cements. *J Prosthet Dent* 2011;105:296-303.
35. Piascik JR, Swift EJ, Thompson JY, Grego S, Stoner BR. Surface modification for enhanced silanation of zirconia ceramics. *Dent Mater* 2009;25:1116-21.
36. Casucci A, Mazzitelli C, Monticelli F, Toledano M, Osorio R, Osorio E, *et al*. Morphological analysis of three zirconium oxide ceramics: effect of surface treatments. *Dent Mater* 2010;26:751-60.
37. Casucci A, Osorio E, Osorio R, Monticelli F, Toledano M, Mazzitelli C, *et al*. Influence of different surface treatments on surface zirconia frameworks. *J Dent* 2009;37: 891-7.
38. Cassucci A, Monticelli F, Goracci C, Mazzitelli C, Cantoro A, Papacchini F, *et al*. Effect of surface pre-treatments on the zirconia ceramic-resin cement microtensile bond strength. *Dent Mater* 2011;27:1024-30.
39. Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials. *J Prosthet Dent* 2007;98:379-88.
40. Aboushelib MN, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Bonding to zirconia using a new surface treatment. *J Prosthodont* 2010;19:340-6.
41. Dunn WJ, Davis JT, Bush AC. Shear bond strength and SEM evaluation of composite bonded to Er:YAG laser-prepared dentin and enamel. *Dent Mater* 2005;21:616-24.
42. Spohr AM, Borges GA, Júnior LH, Mota EG, Oshima HMS. Surface modification of In-Ceram Zirconia ceramic by Nd:YAG laser, Rocotec system, or aluminum oxide sandblasting and its bond strength to resin cement. *Photomed Laser Surg* 2008;26:203-8.
43. Ersu B, Yuzugullu B, Ruya Yazici A, Canay S. Surface roughness and bond strengths of glass-infiltrated alumina-ceramics prepared using various surface treatments. *J Dent* 2009;37:848-56.
44. Cavalcanti AN, Pilecki P, Foxton RM, Watson TF, Oliveira MT, Gianinni M, *et al*. Evaluation of the surface roughness and morphologic features of Y-TZP ceramics after different surface treatments. *Photomed Laser Surg* 2009;27:473-9.
45. Foxton RM, Cavalcanti AN, Nakajima M, Pilecki P, Sherriff M, Melo L, *et al*. Durability of resin cement bond to aluminum oxide zirconia ceramics after air abrasion and laser treatment. *J Prosthodont* 2011;20:84-92.
46. Akyil MS, Yilmaz A, Karaalioglu OF, Duymuş ZY. Shear bond strength of repair composite resin to an acid-etched and a laser-irradiated feldspathic ceramic surface. *Photomed Laser Surg* 2010;28:539-45.
47. Piascik JR, Wolter SD, Stoner BR. Development of a novel surface modification for improved bonding to zirconia. *Dent Mater* 2011;27:e99-105.
48. Piascik JR, Wolter SD, Stoner BR. Enhanced bonding between YSZ surfaces using a gas-phase fluorination pretreatment. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2011;98:114-9.

## Surface pretreatments used for improving the zirconia-resin cement bonding

### ABSTRACT

Full ceramic zirconia crowns and bridges are preferred by dentists and patients because of their superior esthetic and mechanical properties. Zirconia is a biocompatible material that provides natural-like tooth appearance. Resin cements are generally preferred in cementation of zirconia restorations. Bonding of zirconia-based ceramics to resin cements cannot be achieved with the same methods

used for traditional glass porcelain because zirconia is a silica-free, acid-resistant and polycrystalline ceramic. In recent years, the bonding between zirconia and luting agent has been of great concern among researchers. Many methods have been developed and reported in the literature for providing enhanced adhesion. The purpose of this review was to give comprehensive knowledge about the surface pretreatments used for improving zirconia-resin cement bonding.

**KEYWORDS:** Bond strength; lasers; resin cement; silanes; surface properties; zirconia