

The Effect of Altering Sintering Conditions on the Optical and Mechanical Properties of Zirconia

Değişken Sinterleme Protokollerinin Zirkonyanın Optik ve Mekanik Özellikleri Üzerindeki Etkisi

Dilara DOĞAY,* Duygu SARAÇ*

ÖZET

Son yıllarda yaygınlaşan bilgisayar destekli tasarım ve bilgisayar destekli üretim (CAD/CAM) sistemleri ve tek randevulu hasta başı tedaviler ile hem hekimlerin hem de hastaların estetik beklentisi artmıştır. Daha estetik ve daha dayanıklı restorasyonlar üretmek için zirkonyanın optik ve mekanik özelliklerinin iyileştirilmesiyle birlikte üretim aşamalarını kısaltacak, hızlandırılmış sinterleme protokolleri geliştirilmiştir. Kullanıma sunulan yeni sinterleme protokollerinin amacı zaman tasarrufu sağlamanın yanı sıra zirkonyanın optik ve mekanik özelliklerini de geliştirmektir; ancak sinterleme hızı ve sıcaklığının değişmesi zirkonyanın fiziksel özellikleri üzerinde değişken etkiler oluşturduğundan zirkonya restorasyonların klinik başarısını doğrudan etkiler. Bu derlemede, sinterleme parametrelerindeki değişikliklerin zirkonyanın mikro yapısı ile optik ve mekanik özellikleri üzerindeki etkileri hakkında bilgi verilmiştir.

Anahtar Kelimeler: CAD/CAM, Hızlı sinterleme, Monolitik zirkonya

ABSTRACT

The aesthetic expectations of both physicians and patients have increased with computer aided design and computer aided manufacturing (CAD/CAM) systems and single appointment chair-side treatments that have become widespread in recent years. In order to produce more aesthetic and more durable restorations, accelerated sintering protocols have been developed that will shorten the production stages with the improvement of the optical and mechanical properties of zirconia. The aim of the new sintering protocols introduced is not only to save time but also to improve the optical and mechanical properties of zirconia; however, changes in sintering speed and temperature directly affect the clinical success of zirconia restorations as they have variable effects on the physical properties of zirconia. In this review, information is given about the effects of changes in sintering parameters on the microstructure and optical and mechanical properties of zirconia.

Keywords: CAD/CAM, Speed sintering, Monolithic zirconia

* Ondokuz Mayıs Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi Ana Bilim Dalı Samsun, Türkiye

Giriş

Günümüzde uygulanan sabit protetik tedavilerde üstün dayanıklılık, estetik ve biyouyumluluk gibi özellikleri sayesinde zirkonya alt yapılı seramik restorasyonlar tam seramik sistemlerine alternatif olmuşlardır.¹ Bilgisayar destekli tasarım (CAD) ve bilgisayar destekli üretim (CAM) teknolojilerindeki gelişmeler sayesinde, dayanıklı seramik sistemler giderek daha ulaşılabilir hale gelmiştir.^{2,3} Yüksek dayanıklılığa sahip zirkonyum oksit seramikler, geniş endikasyon aralıkları sayesinde tek kron restorasyonlardan çok üyeli sabit restorasyonlara kadar kor materyali olarak kullanılmıştır.⁴ Klinik çalışmalar zirkonya alt yapılı kuronların, uzun süreli restorasyonlar olarak hizmet ettiğini göstermiş olsa da restorasyonların klinik başarısını etkileyen alt yapı ve üst yapı materyallerinin bağlanma başarısızlıkları sonucunda oluşan chipping, delaminasyon gibi teknik problemler bildirilmiştir.^{5,7} Bu tarz başarısızlıkların giderilmesi amacı ile zirkonyanın estetik ve mekanik özellikleri geliştirilerek tam kontur (monolitik) zirkonyalar kullanıma sunulmuştur.⁸

Monolitik zirkonyaların gelişmesiyle birlikte, tek tip zirkonya formu ancak farklı renk tabakaları içeren çok katmanlı monolitik zirkonyaların yanı sıra farklı mollerde yitrium ile stabilize edilmiş zirkonya tiplerinin iyi özelliklerini birleştiren değişken dayanıklılığa sahip çok katmanlı monolitik zirkonya materyalleri geliştirilmiştir. Bu yeni monolitik zirkonya dentin tabakasında yüksek dayanıklılığa sahip 3 Y-TZP ya da 4 Y-TZP' den oluşurken, kesici ve oklüzal bölgede ise daha yüksek yarı saydamlığa (translüsensiye) sahip olan 5 Y-TZP' den oluşur. Yeni çok katmanlı monolitik zirkonya bloklarının sabit protetik tedavi seçeneği olarak kullanılıyor olmasına rağmen materyalin estetik ve mekanik özelliklerinin stabilitesi hakkında halen yeterli bilimsel çalışma bulunmamaktadır.^{9,10}

Dental seramiklerin mikroyapısının istenilen özelliklere ulaşılması için uygulanan ısı işlemler bütünü sinterlemedir. Sinterleme, termal enerjii kullanarak birbirine temas eden parçacıkların kontrollü bir şekilde birbirine bağlanmasını sağlar.¹¹

Sinterleme süresini kısaltmak fırının ön ısıtılması ile gerçekleştirilebilir; ancak doğrudan uygulamalar için ön ısıtma olmaksızın 30 dakika sinterleme süreleri üretebilen fırınlar mevcuttur. Daha yüksek sıcaklıklar ve daha yüksek ısıtma hızları nedeniyle ısıtıcı elemanların aşırı yüklenmesini en aza indirmek ve ısı transferini arttırmak için elektromanyetik indüksiyonlu ısıtma veya indüktif olarak eşleştirilmiş plazma gibi teknolojiler kullanılmıştır.¹² Zirkonyanın mekanik ve optik özelliklerini iyileştirmeyi, işlem kolaylığını ve sinterleme enerjisinin kontrolünü artırmayı hedefleyen alternatif sinterleme yöntemlerine mikrodalga ile sinterleme, spark plazma sinterleme, vakumlu fırınlar kullanılarak sinterleme örnek olarak verilebilir.¹³

Bu derlemede monolitik zirkonya için kullanılan sinterleme parametrelerindeki değişikliklerin, zirkonyanın mikro yapısı ile optik ve mekanik özellikleri üzerindeki etkisi detaylı olarak ele alınmıştır.

Dental Zirkonya

Zirkonya uzayda monoklinik (m), tetragonal (t) ve kübik (k) olmak üzere üç allotropik formda bulunan polimorfik bir materyaldir. Saf zirkonya oda sıcaklığında monoklinik fazdadır ve 1170 °C' ye kadar bu fazda stabildir. 1170 °C ile 2370 °C arasında tetragonal faza geçer. Sıcaklık 2370 °C'nin üzerine çıktığında ise kübik faza dönüşür ve erime noktasına (2680 °C) ulaşana kadar kübik fazda kalır.^{14,15} Soğuma esnasında oluşan t→m faz dönüşümü sonucu yaklaşık %4 oranında bir hacim artışı meydana gelir.¹⁶ Soğumaya bağlı hacim artışının geçmiş yıllarda zirkonyada büyük çatlaklara sebep olduğu söylenmiştir. Saf zirkonya bu özelliğinden dolayı dental kullanım için uygun

bulunmamış, mevcut sorunun çözümü için tetragonal ve kübik fazların oda sıcaklığında stabilize olmasını sağlayacak çalışmalar yapılmıştır.¹⁷

Oda sıcaklığında stabilize olması için saf zirkonyaya kalsiyum oksit (CaO), magnezyum oksit (MgO), seryum oksit (CeO₂) ve yitrium oksit (Y₂O₃) gibi oksitler ilave edilerek zirkonyanın üç fazından herhangi birinin tamamen ya da parsiyel olarak stabilizasyonu sağlanır.¹⁶ Daha sonra yapılan çalışmalarda, zirkonyadaki faz dönüşümünü takip eden hacimsel genişlemenin çatlakları kapatarak zirkonya esaslı materyallerin kırılma dayanımını artırabildiği ortaya konmuştur.^{17,18} Tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşüm sonrası oluşan hacimsel genişleme sonucu çatlak ilerleyişinin sonlanmasına dönüşüm tokluğu (phase transformation toughening, PTT) denir. Dönüşüm tokluğu, zirkonyanın mekanik özelliklerinin iyileşmesinde etkilidir.¹⁹

Zirkonyanın temel dezavantajı olan, düşük sıcaklıklarda ve nem varlığında yapı içerisindeki tetragonal ve monoklinik fazın devamlı olarak dönüşümü sonucu mekanik özelliklerin bozulması düşük ısı bozunması (Low Temperature Degradation-LTD) olarak bilinir.¹⁷ Yaşlanmaya bağlı hidrotermal bozunma küçük yüzeyel kusurlarda başlar ve zamanla kütle içerisine doğru yayılır. Yapı içerisinde gerçekleşen t→m dönüşümü tüm yüzeylere yayıldığında materyalin mekanik özellikleri olumsuz etkilenebilir.²⁰ LTD, hidrotermal değişimlere bağlı gerçekleşebildiği gibi kumlama, aşındırma, polisaj gibi klinik prosedürler ve yüzey işlemlerine bağlı da gerçekleşebilir.²¹

Zirkonya seramikler mikroyapılarına göre tam stabilize zirkonya (FSZ), tetragonal zirkonya polikristalleri (TZP), parsiyel stabilize zirkonya (PSZ) olarak sınıflandırılabilir.²²

Tam stabilize zirkonya (fully stabilized zirconia) kübik formdadır ve %8 mol' den fazla Y₂O₃ içerir.²² Geleneksel yitrium ile stabilize

edilmiş tetragonal zirkonya polisakkaritin (Y-TZP) optik özelliklerini geliştirmek ve ışık geçirgenliğini artırmak için çeşitli yöntemler denenmiştir.²¹ Bu yaklaşımlardan biri yttria içeriği artırılarak elde edilen kübik formda zirkonya kullanmaktır. Kübik taneler izotropiktir ve ışık geçirgenliğini artırmaktadır.²³ Yüksek ışık geçirgenliği FSZ'nin iyi estetik özelliklere sahip olmasını sağlasa da dönüşüm tokluğu fenomeni göstermediği için mekanik olarak zayıf bir yapıdır.^{24,25}

Tetragonal zirkonya polikristalleri (tetragonal zirconia polycrystals); çoğunlukla yitrium ve seryum ile stabilize edilmiş, tetragonal fazdan meydana gelen monolitik materyallerdir.²² Tetragonal zirkonya polikristallerinin en yaygın olarak kullanılan tipi Y-TZP' dir. Çünkü işleme ve sinterlenme sonrası en yüksek dayanıma ve kırılma dayanıklılığına sahiptir.²⁶

Diş hekimliğinde kullanılan Y-TZP, son yıllarda büyük bir gelişme göstermiştir.¹⁰ Birinci nesil tetragonal zirkonya polikristalleri (3Y-TZP), ağırlıkça %3 mol Y₂O₃ ve %0,25 alüminyum oksit (Al₂O₃) içerir. Küçük tanecik boyutlarına (0,3-0,5 µm), yüksek kırılma ve çift eksenli (biaksiyel) bükülme dayanımına (9 -10 MPa/m², 900-1200 MPa) ve oda sıcaklığında 210 GPa Young modülü sertliğe sahiptir. Nispeten düşük sıcaklıklarda sinterlenir.²⁷ Birinci nesil Y-TZP'ler yüksek dayanıklılık göstermesinin yanında yüksek opaklık da sergilemiştir. Son zamanlarda, zirkonyanın opaklığını azaltmak ve ısıl işlem koşullarını yoğunlaştırarak ışık geçirgenliğini artırmak için yeni protokoller geliştirilmiştir.^{27,28} İkinci nesil Y-TZP'ler (3 Y-PSZ) yine %3 mol Y₂O₃ içerir, ancak sinterlemeye yardımcı olan Al₂O₃ (ağırlıkça %0.25) %0.05'e indirilmiştir. Buna bağlı olarak sinterleme sıcaklığı ve/veya süresi artar. 3 Y-PSZ' de tanecik boyutu 0,5 ila 0,7 µm'ye, kübik faz içeriği %6-12'den %20-30'a yükseltilmiştir.²⁷ Böylece yarı saydamlılığın artırılması hedeflenmiştir.²⁸ Sonuç olarak, yarısaydamlılığı belirten translüsensi parametresi

(TP) 24 ila 31' e yükseltilmiş, aynı zamanda çift eksenli (biaksiyel) bükülme dayanımı 900 ila 1150 MPa' ya düşürülmüştür. Yarı saydamlığın geliştirilmesine rağmen estetik özellikler açısından hala yetersiz olan materyalin estetik bölgede kullanımı için veneerlenmesi gerekir.¹⁰ Zirkonya alt yapıli porselenlerde karşılaşılan mekanik problemleri elimine etmek için zirkonyanın mekanik ve fiziksel özellikleri geliştirilerek monolitik zirkonyalar kullanıma sunulmuştur.²⁹

Monolitik Zirkonya

Monolitik zirkonyaların estetik bölgede kullanımına izin vermek için yarı saydamlık özellikleri geliştirilmektedir.³⁰ Işık geçirgenliğinde daha iyi sonuçlar elde etmek amacıyla Y_2O_3 içeriği %5 ve %4 mol, Al_2O_3 içeriği ağırlıkça %0,05 olan ve daha yüksek kübik faz oranı içeren 3. ve 4. nesil Y-TZP' ler (4-5 Y-PSZ) üretilmiştir. Böylece materyalin çift kırılma olmayan (izotropik) kübik faz oranı %50-80 oranına artırılarak 1 ila 4 μm tanecik boyutuna sahip parsiyel stabilize zirkonya üretilmiş ve ışık geçirgenlik özelliğinde artış gözlenmiştir.^{14,31} Kübik faz oranı artırılmış zirkonya, tetragonal fazdaki muadilinden daha zayıf ve daha kırılğan olduğu için dayanımı daha düşüktür. Materyalde translusensi oranı 30 ila 43' e yükselmiş, bükülme dayanımı 450 ila 740 MPa' ya düşmüştür.¹⁴

Monolitik zirkonya restorasyonlar özellikle parafonksiyonel alışkanlıkları olan hastalarda, tek kron ve tam ağız rehabilitasyonlarda daha yaygın hale gelmektedir.³ Ancak monolitik zirkonyanın diş hekimleri tarafından rutin olarak kullanılabilmesi için uzun dönemde materyalin mekanik özelliklerinin yanı sıra ışık geçirgenliği ve renk stabilitesi gibi estetik özelliklerini de koruması oldukça önemlidir.³⁰ Mekanik özellikleri birçok metalden daha üstün olmasına rağmen, üreticiler monolitik zirkonya kuronlarda oklüzal ve aksiyel kalınlığın minimum 0.5 mm olmasını önermektedirler.³²

Tam anatomik restorasyonlardaki estetik

problemlerin çözülmesi için yarı saydamlığı artırılmış monolitik zirkonyalar geliştirilmiştir. Materyalin yapısındaki tanecik boyutlarının artması, daha az tanecik sınırına sebep olduğu için daha az ışık kırılması gerçekleştirir. Bu sebeple daha yarı saydam monolitik zirkonya üretmek için tercih edilen yöntemlerden biri tetragonal tanecik boyutunu artırmaktır.^{23,33} Ancak tanecik boyutunun artırılması aynı zamanda materyali LTD' ye karşı daha duyarlı hale getirir.^{33,34} Yarı saydamlığı geliştirmek için uygulanan yöntemlerden biri de tanecik boyutlarını 100 nm' nin altına indirmektir; 100 nm görünür ışığın dalga boyundan (400-700 nm) daha küçük olduğu için ışık, büyük taneciklere kıyasla daha küçük bir saçılma ile materyalden geçebilir.²³

Diş hekimlerinin kullanımına sunulan monolitik zirkonya blokları monokrom ya da multilayered (çok katmanlı) olarak üretilir. Monokrom bloklar tek bir renkten oluşmaktayken multilayered bloklar farklı renklerden oluşan tabakalar içerir. Multilayered monolitik zirkonya bloklarının bir diğer avantajı da doğal dişe benzer renk ve ışık geçirgenliği özellikleri sayesinde iyi estetikte restorasyonlar elde etmek için daha minimal preparasyon ihtiyacı bulunmasıdır.³⁰ Monolitik zirkonyanın renklendirilmesi için kullanılan yöntemlerden biri de tam sinterlenmemiş zirkonyanın, yapısında Fe, Cu, Co, Mn gibi renklendirici oksitler ve Sn, Zn, Al, Zr, ve Ti gibi opaklaştırıcı maddeler bulunan renklendirici solüsyonlara daldırılmasıdır.^{35,36} Nihai renk, solüsyonun kuruması ve sinterlemenin tamamlanması sonrasında ortaya çıkar.³⁷ Ancak siman, restorasyonun arka planı, restorasyonun kalınlığı ve ışık geçirgenliği gibi özellikler de nihai rengi etkileyebilir.³⁸

Bilgisayar destekli tasarım ve bilgisayar destekli üretim (CAD/CAM) teknolojisi modern diş hekimliğinin en hızlı gelişen yönlerinden biridir. Günümüzde CAD/CAM sistemleri kullanarak zirkonya protezler elde

etmek için en popüler yöntem CAM ünitesinde frezelemeyi kolaylaştıran, yumuşak frezeleme teknikleriyle üretilen, gözenekli yapıda yarı sinterlenmiş zirkonya bloklar kullanılmaktadır. Ancak frezelemeden sonra restorasyonun en yüksek yoğunluğa ve dayanıma ulaşması için tekrar sinterlenmesi gerekir.⁸ Sinterleme prosedürü genellikle yaklaşık %20 ila %30 hacimsel büzülme ile sonuçlanır.³⁹ Oluşan büzülmenin telafi edilmesi için yarı sinterize zirkonya bloklarının uygun bir faktörle büyütülerek frezelenmesi gerekir.⁸

Yumuşak frezeleme tekniğine alternatif olan, daha az sıklıkla tercih edilen bir yöntem de ilave sinterleme prosedürleri gerektirmeyen, tam sinterize zirkonya bloklarda tercih edilen sert frezeleme tekniği kullanılmasıdır. Tekniğin dezavantajları, materyalin yüksek dayanımından dolayı daha uzun frezeleme süreleri ve frezeleme işlemi yapan aletlerin yüksek oranda aşınmasıdır. Ayrıca tam sinterize zirkonya bloklarda frezeleme, yüzeyde yüksek sıcaklıklar oluşturarak protezlerin beklenen kullanım ömrünü büyük oranda kısaltarak yüzey hasarına ve kusur oluşumuna yol açar.⁴⁰

Sinterleme işlemi, uygulama ısısı ve bekleme süresi gibi değişkenler sonucunda materyallerin mekanik ve optik özelliklerini etkileyebileceğinden önemli bir parametredir.⁴¹ Geleneksel sinterleme fırınları, dirençli olarak ısıtılan atmosferik fırınlardır ve aynı zamanda sıcak pres ve sıcak izostatik basınç kullanır.⁸ Uzun zaman alan sinterleme prosedürlerine sahip geleneksel zirkonyaların (3 Y-TZP) sorunlarından biri tek randevulu hasta başı restorasyonların üretimini kısıtlamalarıdır.⁹ Üretimi aşamasında Y-TZP' nin sinterleme süreci, yavaş ısıtma-soğutma hızları (tipik olarak dakikada 5 °C-10 °C) ve uzun bekleme süresi (genellikle birkaç saat) içerdiğinden zaman alıcıdır.⁴²

Geleneksel sinterleme işlemleri, 2 ila 5 saat arasında bekleme süreleri ile 1350 °C ile 1550 °C arasında bir son sinterleme sıcaklığı gerektirir.⁴²

Geleneksel sinterleme en az iki randevu ihtiyacı oluşturması nedeniyle, gelişen CAD/CAM sistemlerinin bir avantajı olan tek randevulu hasta başı zirkonya restorasyonların yapımı için uygun değildir. Sinterleme süresinin azaltılması amacı ile farklı protokoller kullanılmaya başlanmıştır. Üreticiler tarafından, zamandan tasarruf sağlaması ve daha ekonomik olması beklenen daha hızlı sinterleme protokolleri sunulmuştur. Bu amaçla geliştirilen hızlı ve yüksek hızlı sinterleme protokolleri için özel fırınlar kullanılarak sinterleme süreleri oldukça kısaltılmış ve zirkonya, tek randevulu hasta başı restorasyonlar için uygun hale getirilmiştir.^{9,43,45} Hızlı ve yüksek hızlı protokoller, daha iyi yarı saydamlık için materyal yapısındaki tanecik büyümesini önlemenin yanı sıra, CAD/CAM sistemleriyle üretilen tek randevulu hasta başı restorasyonlara yönelik zaman ve uygun maliyetli talebi karşılamak üzere geliştirilmiştir.⁴⁶

Sinterleme Parametrelerindeki Değişikliklerin Zirkonyanın Optik ve Mekanik Özellikleri Üzerine Etkisi

Diş hekimliğinde kullanılan birçok zirkonya formu benzer kimyasal özelliklere sahiptir. Ancak sinterleme sıcaklıklarındaki farklılıklar tanecik boyutları, strese ve neme bağlı dönüştürülebilirlik, yaşlanmaya bağlı direnç ve mekanik özellikler üzerinde oldukça etkilidir.⁴⁷ Zirkonya içerisindeki stabilize edici katyonların büyüklüğü, stabilizatör dağılımı, taneciklerin boyutu ve dağılımı gibi birçok faktör zirkonyanın düşük ısı bozunmasını etkiler. Bu faktörler birbirleriyle ilişkilidir ve sinterleme koşullarından, sürelerinden ve sıcaklığından etkilenirler.⁴⁸

Zirkonyanın sinterleme parametrelerindeki farklılıklar materyalin mikro yapısını doğrudan etkilediği için yarı saydamlık ve bükülme dayanımı gibi fiziksel ve mekanik özelliklerini de doğrudan etkiler.⁴³ Bu etkinin önemi üreticiler tarafından kısaltılmış süreli sinterleme protokollerinin tanıtılması ile daha da

artmıştır.⁴⁶ Sinterleme süresi ve sıcaklığındaki değişikliklerin zirkonyanın yarı saydamlığı, tanecik boyutu ve bükülme dayanımı üzerindeki etkileri araştırmacılar tarafından incelenmiştir, ancak zirkonya üzerindeki etkileri tartışmalıdır.⁸

Zirkonyanın ışık geçirgenliği ve renk gibi optik özellikleri, restorasyonun estetik özellikleriyle doğrudan ilgilidir.²⁸ Yarı saydamlık, tanecik sınırlarının sayısındaki artışla azalır ve dolayısıyla materyalin tanecik boyutu ve kalınlığı ile ilişkilidir.⁴¹ Boşluklar ve materyal içinde oluşan kalıntılar, ek saçılma ve kırılma nedeniyle yarı saydamlığı düşürür; aynı zamanda tanecikler arasında daha az bağ oluşması nedeniyle bükülme dayanımını azaltır. Daha küçük tanecikler bükülme dayanımını artırır.^{30,49,50}

Artan sinterleme sıcaklıkları sonucu artan tanecik boyutu ile ilişkili olarak yarı saydamlık değerlerinde artış bildirilse de^{28,45} kısaltılmış sinterleme sürelerine bağlı olarak hem tanecik boyutunda hem de yarı saydamlıkta azalma rapor edilmiştir.⁵¹ Zirkonyanın yarı saydamlığı saçılma, yansıma, absorpsiyon ve ışık iletimine bağlıdır. Y_2O_3 ile stabilize edilmiş zirkonya için, adsorpsiyonun yarı saydamlığı önemli ölçüde etkilemediği bildirilmiştir. Işık geçişi ve yansıması, kırılma indisine ve materyalin ara yüzeylerindeki kırılmaya göre gerçekleşir. Ara yüzeylerdeki kırılma, materyalin tanecik sınırları, gözenekleri ve saf olmama durumundan etkilenir.²³ Alüminyum oksit daha küçük taneciklere sahip olduğu için zirkonyanın tanecik sınırlarına yakın yerlerde daha fazla ayrılması ve tanecik büyümesini sınırlayarak difüzyonu etkilemesi sonucu, sinterlemeye yardımcı olmasına rağmen yarı saydamlığı azaltan bir unsurdur.⁵²⁻⁵⁴ Ayrıca, tetragonal zirkonyada meydana gelen ancak kübik zirkonyada karşılaşılmayan çift kırılma durumu, tanecik sınırlarında kırılma indeksi değişikliklerine yol açar ve 4Y-TZP, 5 Y-TZP gibi kübik faz içeren zirkonyalarda oluşan saçılma etkisinin daha az olmasını ve daha

yüksek yarı saydamlığı açıklar.²³

Zhang ve arkadaşları²⁸ yaptıkları bir çalışmada, 3Y-TZP'nin içeriğindeki Al_2O_3 miktarının azaltılmasının ve Y_2O_3 içeriğinin artırılmasının yarı saydamlığın artırılmasında etkili olduğunu bildirmişlerdir. Yitria içeriğinin 3Y-TZP seramiklere kıyasla artırılması (%5 mol) optik olarak izotropik kübik fazlı zirkonyanın oluşmasıyla, yarı saydamlığı ve yaşlanma direncini artırmak için olumlu etki göstermiştir ancak, kırılma ve bükülme dayanımı önemli ölçüde azalmıştır.²⁸

Sinterleme sıcaklıkları ve süresi metastabiliteyi, mekanik özellikleri ve düşük sıcaklıkta bozunmaya karşı direnci belirleyen tanecik boyutunu, kübik faz miktarını ve yitriya ayrışmasını belirler.³³ Sinterleme işleminde bekleme sürelerindeki artışın zirkonyanın tanecik büyümesini artırdığı gösterilmiştir. Tanecik boyutlarının artması sonucu zirkonyanın daha az stabil olmasıyla materyal t→m faz dönüşümlerine karşı daha duyarlı hale gelir ve kademeli olarak dayanıklılıkta azalma görülebilir.⁵⁵ Bekleme süresindeki artışla birlikte sinterleme sıcaklığındaki artış da daha büyük tanecik boyutu ile sonuçlanır.⁵⁶ 3 Y-TZP' de tanecik boyutunun, sinterleme sıcaklığı $1350^{\circ}C$ ' de 2 saat sinterlemeden sonra yaklaşık $0,3 \mu m$ ' den, aynı süre boyunca $1650^{\circ}C$ ' de sinterlemeden sonra $>2,0 \mu m$ ' ye arttığı bilinmektedir.³³ Stawarczyk ve arkadaşlarının⁴¹ yaptığı bir çalışmada bu ilişki sadece $1600^{\circ}C$ ' lik sinterleme sıcaklıklarına kadar geçerli bulunmuş, $1600^{\circ}C$ ' nin üzerine çıkıldığında bükülme dayanımı ve kontrast oranı arasında önemli bir negatif ilişki olduğu, bükülme dayanımında azalma gerçekleştiği rapor edilmiştir.⁴¹ Ersoy ve arkadaşlarının⁴⁶ yaptıkları başka bir çalışma, yüksek bir sinterleme sıcaklığının kısa bir sinterleme süresi ile birlikte uygulanmasının zirkonyanın bükülme dayanımını arttırdığını ortaya koymuştur. Yarı sinterlenmiş zirkonya örnekler rastgele üç gruba ayrılarak 120 dakika $1510^{\circ}C$, 25

dakika 1540 °C, 10 dakika 1580 °C olmak üzere farklı süre ve sıcaklıklarda sinterleme protokolü uygulanmıştır. Gruplar arasında en hızlı sinterleme protokolü (10 dakika 1580 °C) uygulanan zirkonyaların, geleneksel sinterleme protokolüne kıyasla daha yüksek bükülme dayanımı gösterdiği bildirilmiştir.⁴⁶

Monolitik zirkonya ile üretilmiş restorasyonların, karşıt dişlerin aşınması üzerindeki etkisi klinik olarak büyük öneme sahiptir. Aşınma davranışı beslenme alışkanlıkları gibi hastayla ilgili faktörler de dahil olmak üzere oklüzyon, çiğneme kuvvetleri ve brüksizmin yanı sıra materyalin tipi, kırılma dayanımı, yapısındaki gözeneklilik durumu, yüzey kusurları ve/veya mikro yapıdaki kusurlar, fiziksel özellikler, yüzey dokusu ve çevresel koşullar gibi bir çok faktörden etkilenebilir.⁸ Kaizer ve arkadaşları⁴⁵ translüsent monolitik zirkonya bloklarla yaptığı bir çalışmada uzun süreli, hızlı ve yüksek hızlı olmak üzere üç farklı sinterleme protokolü kullanmışlar ve farklı sinterleme protokollerinin kullanımının materyalin tanecik boyutunu, yarı saydamlığını, sertliğini ve karşıt dişin aşınma davranışını önemli ölçüde etkilediği tespit etmişlerdir. SEM analizinde tespit edilen sinterlenmiş zirkonyaların tanecik boyutunun sıralamasını uzun süreli>yüksek hızlı>hızlı şeklinde bildirmişlerdir.⁴⁵ Daha yüksek sinterleme sıcaklığının ve daha uzun bekleme süresinin tanecik büyümesini artırmasına sebep olduğu belirtilmiştir. Sonuç olarak sinterleme sıcaklığının artırılmasıyla birlikte sinterleme süresinin azaltılması, daha küçük tanecik boyutları ve daha yüksek yarı saydamlık sağlamış, yarı saydamlık açısından en başarılı grubun yüksek hızlı sinterleme grubunun olduğu bildirilmiştir.⁴⁵ Ayrıca yüksek hızlı ve hızlı sinterleme gruplarının, uzun süreli sinterleme grubuna oranla daha düşük bir sertlik değeri sergilediği de belirtilmiştir. Bununla birlikte sonuçlar aşındırma miktarları açısından değerlendirildiğinde, aşınma bölgelerindeki

hızlı ve yüksek hızlı sinterleme gruplarında uzun süreli sinterleme grubuna kıyasla karşıt dişte daha fazla hacim ve derinlik kaybıyla ilişkili olan daha fazla aşınma sergilemiştir.⁴⁵ Ayrıca t→m faz dönüşümlerinin de aşınma bölgeleriyle ilgili olması, özellikle hızlı ve yüksek hızlı sinterleme protokollerinin ve tek randevulu hasta başı restorasyonların uygulandığı durumlarda, monolitik zirkonya restorasyonları teslim ederken oklüzyonun ayarlanmasının önemini artırır.

Translüsent monolitik zirkonya ile yapılan başka bir çalışmada ise Ebeid ve arkadaşları⁵⁷, sinterlenme sıcaklıkları 1460 °C, 1530 °C ve 1600 °C olmak üzere üç grup belirlemiş ve grupları bekleme süreleri 1 saat, 2 saat ve 4 saat olmak üzere üç alt gruba ayırmıştır. Sinterleme sıcaklığı ve süresi arttıkça ΔE 4,4'ten 2,2'ye ve kontrast oranı 0,75'ten 0,68'e düşmüştür.⁵⁷ Bu durum, sinterleme sıcaklığının ve süresinin artmasının tanecikler arasındaki gözenekleri azalttığı ve zirkonyanın yoğunluğunu arttırdığı, böylece daha az ışık saçılması ve daha fazla ışık iletimi sağlayarak daha iyi yarı saydamlık ve optik özellikler sağladığı şeklinde yorumlanır. Ancak çalışmada sinterleme parametrelerinin seçilen aralık içinde değiştirilmesiyle zirkonyada herhangi bir t→m faz dönüşümü görülmemiştir.⁵⁷ Sinterleme sıcaklığının ve süresinin önemli ölçüde artırılmasının yarı saydamlığı ve renk ile ilgili optik özellikleri önemli ölçüde iyileştirdiği bildirilse de yüzey pürüzlülüğü, çift eksenli bükülme dayanımı ve yüzey sertliği üzerinde istatistiksel olarak anlamlı bir etkisi olduğu saptanmamıştır.⁵⁷

Sonuç

CAD/CAM sistemlerinin gelişmesiyle hızla ön plana çıkan tek randevulu hasta başı tedavilerin yaygınlaşması, monolitik zirkonya restorasyonların üretim süresinin kısaltılmasını kaçınılmaz hale getirmiştir. Üretim aşamalarında uzun zaman alan prosedürlere olan sinterleme işlemlerinin kısaltılması için sunulan yeni hızlandırılmış sinterleme protokolleri, diş

hekimleri ve hastalar için oldukça avantajlıdır. Ancak sinterleme protokollerindeki değişikliklerin monolitik zirkonya üzerindeki etkileri oldukça önemlidir. Kullanıma sunulan yeni protokoller zaman tasarrufu sağlamasının yanı sıra zirkonyanın mekanik ve optik özelliklerini iyileştirmeyi, üretim aşamalarını kolaylaştırmayı ve sinterleme enerjisinin kontrolünü artırmayı da hedefler.

Sinterleme koşulları materyalin mikro yapısını doğrudan etkilediği için fiziksel ve mekanik özelliklerinin değişmesinde de oldukça etkilidir. Sinterleme sıcaklığının ve süresinin değiştirilmesinin zirkonyanın bükülme dayanımı üzerindeki etkileri, yapılan çalışmalarda değişkenlik göstermiştir. Sinterleme sıcaklığının artırılması ve sinterleme süresinin azaltılması, ışık iletimini iyileştirmiş ve kontrast oranını düşürmüştür. Dolayısıyla sinterleme protokolünün hızlanması zirkonyanın optik özelliklerini geliştirirken, hızlandırılmış sinterleme protokolleri, monolitik zirkonyanın karşıt dişi aşındırma oranını artırmıştır. Ancak sinterleme yöntemlerinin etkileri hakkında yeterli çalışma bulunmamaktadır.

Sonuç olarak sinterleme sıcaklığı artırılırken sinterleme süresinin azaltılması zirkonyanın optik özelliklerini olumlu yönde etkilerken, mekanik davranışlarında olumsuz etkiler oluşturabilmektedir. Bu nedenle sinterleme yöntemlerinin restorasyonun mekanik özelliklerinde oluşturabileceği negatif etkinin azaltılması, klinik başarısının ve kullanım ömrünün geliştirilmesi amacı ile sinterleme koşulları üzerine çalışmaların yapılması gerekmektedir.

Bu çalışma PYO.DIS.1904.22.005 proje numarası ile Ondokuz Mayıs Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir.

Kaynakça

1. Schmitter M, Mueller D, Rues S. Chipping behaviour of all-ceramic crowns with zirconia framework and CAD/CAM manufactured veneer. *J Dent.* 2012;40(2):154-162.
2. Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: Basic properties and clinical applications. *J Dent.* 2007;35(11):819-826.
3. Guess PC, Schultheis S, Bonfante EA, Coelho PG, Ferencz JL, Silva NRFA. All-ceramic systems: Laboratory and clinical performance. *Dent Clin North Am.* 2011;55(2):333-352.
4. Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Clinical Implications Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: A systematic review. *J Prosthet Dent.* 2007;98(5):389-404.
5. Raigrodski AJ, Hillstead MB, Meng GK, Chung KH. Survival and complications of zirconia-based fixed dental prostheses: A systematic review. *J Prosthet Dent.* 2012;107(3):170-177.
6. Sailer I, Makarov NA, Thoma DS, Zwahlen M, Pjetursson BE. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs) A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). In: *Dental Materials.* Vol 31. Elsevier Inc.; 2015:603-623.
7. Larsson C, Wennerberg A. The Clinical Success of Zirconia-Based Crowns: A Systematic Review. *Int J Prosthodont.* 2014;27(1):33-43.
8. Ahmed WM, Troczynski T, McCullagh AP, Wyatt CCL, Carvalho RM. The influence of altering sintering protocols on the optical and mechanical properties of zirconia: A review. *J Esthetic and Restorative Dentistry.* 2019;31(5):423-430.
9. Michailova M, Elsayed A, Fabel G, Edelhoff D, Zylla IM, Stawarczyk B. Comparison between novel strength-gradient and color-gradient multilayered zirconia using conventional and high-speed sintering. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2020;111(103977):1-8.
10. Schönhoff LM, Lümke N, Buser R, Hampe R, Stawarczyk B. Fatigue resistance of monolithic strength-gradient zirconia materials. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2021;119(104504):1-7.
11. Karataş A. İkili Seramik Malzemelerin Birlikte Presleme-Sinterleme, Mikroyapı ve Mekanik Özelliklerinin Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi. Celal Bayar Üniversitesi; 2014.
12. Jansen JU, Lümke N, Letz I, Pfefferle R, Sener B, Stawarczyk B. Impact of high-speed sintering on translucency, phase content, grain sizes, and flexural strength of 3Y-TZP and 4Y-TZP zirconia materials. *J Prosthet Dent.* 2019;122(4):396-403.
13. Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Donovan TE, Vallittu PK, Närhi TO, Lassila L v. The effect of staining and vacuum sintering on optical and mechanical properties of partially and fully stabilized monolithic zirconia. *Dent Mater J.* 2015;34(5):605-610.
14. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dental Materials.* 2008;24(3):299-307.
15. Miyazaki T, Nakamura T, Matsumura H, Ban S, Kobayashi T. Current status of zirconia restoration. *J Prosthodont Res.* 2013;57(4):236-261.
16. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a Ceramic biomaterial. *Biomaterials*
17. Lugh V, Sergio V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: A critical review of the relevant aspects in dentistry. *Dental Materials.* 2010;26(8):807-820.
18. Hannink RHJ, Kelly PM, Muddle BC. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics. *J Am Ceramic Society.* 2000;83(3):461-487.
19. Turp V, Gültekin P. Zirkonyanın Yapısı. *Türkiye Klinikleri Prosthodont-Special Topics.* 2017;3(2):77-83.
20. Pereira GKR, Venturini AB, Silvestri T, et al. Low-temperature degradation of Y-TZP ceramics: A systematic review and meta-

- analysis. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016; 55:151-163.
21. Hatanaka GR, Polli GS, Adabo GL. The mechanical behavior of high-translucent monolithic zirconia after adjustment and finishing procedures and artificial aging. *J Prosthet Dent.* 2020;123(2):330-337.
 22. Chevalier J, Gremillard L, Virkar A v., Clarke DR. The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: Lessons learned and future trends. *J Am Ceramic Society.* 2009;92(9):1901-1920.
 23. Zhang Y. Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dental Materials.* 2014;30(10):1195-1203.
 24. Muñoz EM, Longhini D, Antonio SG, Adabo GL. The effects of mechanical and hydrothermal aging on microstructure and biaxial flexural strength of an anterior and a posterior monolithic zirconia. *J Dent.* 2017; 63:94-102.
 25. Sulaiman TA, Abdulmajeed AA, Shahramian K, Lassila L. Effect of different treatments on the flexural strength of fully versus partially stabilized monolithic zirconia. *J Prosthet Dent.* 2017;118(2):216-220.
 26. Gracis S, Thompson V, Ferencz J, Silva N, Bonfante E. A New Classification System for All-Ceramic and Ceramic-like Restorative Materials. *Int J Prosthodont.* 2016;28(3):227-235.
 27. Zhang Y, Lawn BR. Novel Zirconia Materials in Dentistry. *J Dent Res.* 2018;97(2):140-147.
 28. Zhang F, Inokoshi M, Batuk M, et al. Strength, toughness and aging stability of highly-translucent Y-TZP ceramics for dental restorations. *Dental Materials.* 2016;32(12): e327-e337.
 29. Sun T, Zhou S, Lai R, et al. Load-bearing capacity and the recommended thickness of dental monolithic zirconia single crowns. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2014; 35:93-101.
 30. Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümekemann N. Three generations of zirconia: From veneered to monolithic. Part I. *Quintessence Int.* 2017;48(5):369-380.
 31. Camposilvan E, Leone R, Gremillard L, et al. Aging resistance, mechanical properties and translucency of different yttria-stabilized zirconia ceramics for monolithic dental crown applications. *Dental Materials.* 2018;34(6):879-890.
 32. Nakamura K, Harada A, Inagaki R, et al. Fracture resistance of monolithic zirconia molar crowns with reduced thickness. *Acta Odontol Scand.* 2015;73(8):602-608.
 33. Denry I, Kelly JR. Emerging ceramic-based materials for dentistry. *J Dent Res.* 2014;93(12):1235-1242.
 34. Chevalier J, Deville S, Münch E, Jullian R, Lair F. Critical effect of cubic phase on aging in 3 mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. *Biomaterials.* 2004;25(24):5539-5545.
 35. Han J, Zhao J, Shen Z. Zirconia ceramics in metal-free implant dentistry. *Advances in Applied Ceramics.* 2017;116(3):138-150.
 36. Hjerpe J, Närhi T, Fröberg K, Vallittu PK, Lassila LVJ. Effect of shading the zirconia framework on biaxial strength and surface microhardness. *Acta Odontol Scand.* 2008;66(5):262-267.
 37. Suttor, D., Hauptmann, H., Schnagl, R., & Frank, S. (2004). U.S. Patent No. 6,709,694. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.
 38. Tabatabaian F. Color Aspect of Monolithic Zirconia Restorations: A Review of the Literature. *J Prosthodont.* 2019;28(3):276-287.
 39. Revilla-León, Marta, et al. "Manufacturing accuracy and volumetric changes of stereolithography additively manufactured zirconia with different porosities." *J Prosthet Dent* 128.2 (2022): 211-215.
 40. Denkena B, Breidenstein B, Busemann S, Lehr CM. Impact of Hard Machining on Zirconia Based Ceramics for Dental Applications. In: *Procedia CIRP.* Vol 65. Elsevier B.V.; 2017:248-252.
 41. Stawarczyk B, Özcan M, Hallmann L, Ender

- A, Mehl A, Hämmerlet CHF. The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio. *Clin Oral Investig*. 2013;17(1):269-274.
42. Elisa Kauling A, Güth JF, Erdelt K, Edelhoff D, Keul C. Influence of speed sintering on the fit and fracture strength of 3-unit monolithic zirconia fixed partial dentures. *J Prosthet Dent*. 2020;124(3):380-386.
43. Wiedenmann F, Pfefferle R, Reichert A, Jerman E, Stawarczyk B. Impact of high-speed sintering, layer thickness and artificial aging on the fracture load and two-body wear of zirconia crowns. *Dental Materials*. 2020;36(7):846-853.
44. Lawson NC, Maharishi A. Strength and translucency of zirconia after high-speed sintering. *J Esthetic and Restorative Dentistry*. 2020;32(2):219-225.
45. Kaizer MR, Gierthmuehlen PC, dos Santos MB, Cava SS, Zhang Y. Speed sintering translucent zirconia for chairside one-visit dental restorations: Optical, mechanical, and wear characteristics. *Ceram Int*. 2017;43(14):10999-11005.
46. Ersoy NM, Aydoğdu HM, Değirmenci BÜ, Çökük N, Sevimay M. The effects of sintering temperature and duration on the flexural strength and grain size of zirconia. *Acta Biomater Odontol Scand*. 2015;1(2-4):43-50.
47. Cotič J, Jevnikar P, Kocjan A, Kosmač T. Complexity of the relationships between the sintering-temperature-dependent grain size, airborne-particle abrasion, ageing and strength of 3Y-TZP ceramics. *Dental Materials*. 2016;32(4):510-518.
48. Hallmann L, Mehl A, Ulmer P, et al. The influence of grain size on low-temperature degradation of dental zirconia. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2012;100 B(2):447-456.
49. Abdelbary O, Wahsh M, Sherif A, Salah T. Effect of accelerated aging on translucency of monolithic zirconia. *Future Dental Journal*. 2016;2(2):65-69.
50. Kim HK, Kim SH, Lee JB, Han JS, Yeo IS, Ha SR. Effect of the amount of thickness reduction on color and translucency of dental monolithic zirconia ceramics. *J Adv Prosthodont*. 2016;8(1):37-42.
51. Kim MJ, Ahn JS, Kim JH, Kim HY, Kim WC. Effects of the sintering conditions of dental zirconia ceramics on the grain size and translucency. *J Adv Prosthodont*. 2013;5(2):161-166.
52. Zhang H, Li Z, Kim BN, et al. Effect of alumina dopant on transparency of tetragonal zirconia. *J Nanomater*. 2012;2012.
53. Macan J, Breković L, Gajović A. Influence of preparation method and alumina content on crystallization and morphology of porous yttria stabilized zirconia. *J Eur Ceram Soc*. 2017;37(9):3137-3149
54. Yu Q, Zhou C, Zhang H, Zhao F. Thermal stability of nanostructured 13 wt% Al₂O₃-8 wt% Y₂O₃-ZrO₂ thermal barrier coatings. *J Eur Ceram Soc*. 2010;30(4):889-897.
55. Matsui K, Yoshida H, Ikuhara Y. Isothermal sintering effects on phase separation and grain growth in yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal. *J Am Ceramic Society*. 2009;92(2):467-475.
56. Ruiz L, Readey MJ. Effect of heat treatment on grain size, phase assemblage, and mechanical properties of 3 mol%Y-TZP. *J Am Ceramic Society*. 1996;79(9):2331-2340.
57. Ebeid K, Wille S, Hamdy A, Salah T, El-Etreby A, Kern M. Effect of changes in sintering parameters on monolithic translucent zirconia. *Dental Materials*. 2014;30(12): e419-e424.

Yazışma Adresi:

Dt.Dilara DOĞAY
Ondokuz Mayıs Üniversitesi
Diş Hekimliği Fakültesi
55200 ATAĞUM/SAMSUN
E-posta: dilaradogay@gmail.com

*ORCID ID: 0000-0002-9174-0463

*ORCID ID: 0000-0003-1076-9334