

T.C.
ESKİŞEHİR OSMANGAZİ ÜNİVERSİTESİ
DİŐ HEKİMLİĐİ FAKÜLTESİ

**POLİETERETERKETON MATERYALİNE UYGULANAN
FARKLI YÜZEY İŐLEMLERİNİN REZİN KOMPOZİT
İLE BAĐLANMA DAYANIMINA ETKİSİNİN
DEĐERLENDİRİLMESİ**

Natiga İSRAFİL

**Protetik DiŐ Tedavisi Anabilim Dalı
Uzmanlık Tezi**

**Tez DanıŐmanı
DoĐ. Dr. Canan AKAY**

**ESKİŞEHİR
2020**

T.C.
ESKİŞEHİR OSMANGAZI ÜNİVERSİTESİ
DİŞ HEKİMLİĞİ FAKÜLTESİ

**POLİETERETERKETON MATERYALİNE UYGULANAN
FARKLI YÜZEY İŞLEMLERİNİN REZİN KOMPOZİT
İLE BAĞLANMA DAYANIMINA ETKİSİNİN
DEĞERLENDİRİLMESİ**

Natiga İSRAFİL

**Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı
Uzmanlık Tezi**

**Tez Danışmanı
Doç. Dr. Canan AKAY**

Bu tez, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu tarafından 2018-2373 proje numarası ile desteklenmiştir.

ESKİŞEHİR
2020

T.C.
ESKİŐEHİR OSMANGAZI ÜNİVERSİTESİ
DİŐ HEKİMLİĐİ FAKÜLTESİ
PROTETİK DİŐ TEDAVİSİ ANABİLİM DALI

POLİETERETERKETON MATERYALİNE UYGULANAN FARKLI
YÜZEY İŐLEMLERİNİN REZİN KOMPOZİT İLE BAĐLANMA
DAYANIMINA ETKİSİNİN DEĐERLENDİRİLMESİ

Natiga İSRAFİL

Tez Savunma Tarihi : 14.07.2020
Tez DanıŐmanı : DoĐ. Dr. Canan AKAY (EskiŐehir Osmangazi Üniversitesi)
Jüri Üyesi : Prof. Dr. Emre MUMCU (EskiŐehir Osmangazi Üniversitesi)
Jüri Üyesi : Prof. Dr. Suat YaluĐ (Gazi Üniversitesi)

Onay

Bu alıŐma yukarıdaki jüri tarafından **Uzmanlık tezi** olarak kabul edilmiŐtir.

Prof. Dr. Őule Bayrak

Dekan

Uzmanlık Tezi
ESKİŐEHİR-2020

UZMANLIK TEZİ BEYANNAMESİ

Uzmanlık tezi olarak sunduđum 'POLİETERETERKETON MATERYALİNE UYGULANAN FARKLI YÜZEY İŞLEMLERİNİN REZİN KOMPOZİT İLE BAĞLANMA DAYANIMINA ETKİSİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ' başlıklı arařtırmaı danıřman hocam Doç. Dr. Canan AKAY'ın rehberlik ve sorumluluđunda tamamladıđımı; alıřma protokolü ve süresince bilimsel arařtırma ve etik kurallara uygun davrandıđımı, verilerin tarafımdan toplandıđını, örneklerin tarafımda hazırlandıđını; deney, analiz ve görüntüleme işlemlerinin ilgili laboratuvar ve görüntüleme merkezinde tarafımda yapıldıđını/yaptırıldıđını, tez metnini hazırlarken kaynakanın eksiksiz olarak gösterildiđini, tezin yazım kılavuzu kurallarına uygun olarak hazırlandıđını ve belirtilen hususların aksinin ortaya ıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiđini beyan ederim.



(İmza)

Natiga İSRAFİL

İÇİNDEKİLER

İÇİNDEKİLER.....	I
TEŞEKKÜR	V
ÖZET	V
ABSTRACT.....	VI
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	VII
ŞEKİLLER DİZİNİ	X
TABLolar DİZİNİ.....	XIII
1.GİRİŞ.....	1
2.GENEL BİLGİLER	4
2.1 PEEK Polimerinin Molekül Yapısı.....	4
2.2. PEEK Polimerinin Tarihi	4
2.3. PEEK Polimerinin Genel Özellikleri	5
2.4. PEEK Polimerinin Avantajları	7
2.5. PEEK Polimerinin Dezavantajları	8
2.6. PEEK Polimerinin Üretim Yöntemleri	8
2.6.1. Enjeksiyon Kalıplama Yöntemi	8
2.6.2. Çekme-Ekstrüzyon Yöntemi	9
2.6.3. Sıkıştırma Kalıplama Yöntemi	9
2.6.4. Seçmeli Lazer Sinterleme	9
2.6.5. Eriyik Yiğme Modelleme.....	9
2.6.6. CAD/CAM ile Üretim Yöntemi	10
2.7. PEEK Polimerinin Kullanım Alanları.....	10
2.7.1. Kranioplastide PEEK.....	11
2.7.2. İntervertebral Füzyon için PEEK	11

2.7.3. Total Eklem Artroplastisinde PEEK	11
2.7.4. Yumuşak Doku Onarımında PEEK	12
2.7.5. Kalp Cerrahisinde PEEK	12
2.8. PEEK Polimerinin Diş Hekimliğinde Kullanım Alanları	12
2.8.1. PEEK Polimerinin İmplant Materyali Olarak Kullanımı	13
2.8.2. PEEK Polimerinin İmplant Abutment Materyali Olarak Kullanımı	14
2.8.3. PEEK Polimerinin Ortodontide Kullanımı	16
2.8.4. PEEK Polimerinin Hareketli Bölümlü Protezlerde Kullanımı.....	16
2.8.5. PEEK Polimerinin Sabit Bölümlü Protezlerde Kullanımı	18
2.9. PEEK Polimerinin Yüzey İşlemleri	19
2.9.1. Alüminyum Oksit ile Kuşlama	19
2.9.2. Rocatec Metodu (Silika Kaplama)	20
2.9.3. Aseton Uygulaması.....	20
2.9.4. Sülfürik Asit Uygulaması.....	20
2.9.5. Piranha Solüsyonu Uygulaması.....	21
2.9.6. Lazer Uygulaması.....	22
2.9.7. Plazma Uygulaması	22
2.10. Bağlanma Dayanımı Ölçüm Yöntemleri.....	23
2.10.1. Gerilme (Tensile) Testi.....	23
2.10.2. Makaslama Bağlanma Dayanımı Testi (Shear Test).....	24
2.11. Yüzey Analiz Yöntemleri.....	24
2.11.1. Profilometre Analizi.....	24
2.11.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscope-SEM).....	24
2.11.3. Atomik Kuvvet Mikroskobu (Atomik Force Microscope-AFM)	25
2.11.4. Temas açısı	25

3. MATERYAL VE METOT	27
3.1. PEEK Örneklerin Hazırlanması.....	30
3.2. PEEK Örneklerin Akrilik Rezine Gömülmesi.....	32
3.3. PEEK Örnek Yüzeylerinin Standardizasyonu	32
3.4. PEEK Örneklere Yüzey İşlemlerinin Uygulanması	33
3.4.1. Grup ArP: Argon Plazma	35
3.4.2. Grup ArOP: Argon ve Oksijen Plazma Karışımı.....	35
3.4.3. Grup ArNP: Argon ve Nitrojen Plazma Karışımı.....	36
3.4.4. Grup ArONP: Argon, Oksijen ve Nitrojen Plazma Karışımı	36
3.4.5. Grup C: Kontrol Grubu.....	36
3.5. Yüzey İşlemi Uygulanan PEEK Örneklerin SEM’de İncelenmesi	37
3.6. Yüzey İşlemi Uygulanan PEEK Örneklerin AFM’de İncelenmesi	38
3.7. Temas Açısı Ölçümü.....	39
3.8. PEEK Örneklere Primer Uygulanması.....	39
3.9. PEEK Örneklerinin Yüzeyine Rezin Kompozit Uygulanması.....	40
3.10. Bağlanma Dayanımı Ölçümü	42
3.11. Elde Edilen Sonuçların İstatistiksel Analizi	43
4. BULGULAR	44
4.1. Bağlanma Dayanımı Ölçüm Sonuçları ve İstatistik Analiz Bulguları	44
4.2. SEM İncelemeleri Bulguları.....	49
4.3. AFM İncelemeleri Bulguları	55
4.4. Temas Açısı Ölçüm Değerleri	58
5. TARTIŞMA	63
6. SONUÇLAR	85
KAYNAKLAR	86

EKLER100

EK-1. ÖZGEÇMİŞ.....100



TEŞEKKÜR

Uzmanlık eğitimim ve tezimin hazırlanması süresince bilgisini, deneyimlerini, desteğini ve yardımını esirgemeyen danışman hocam, Sayın Doç. Dr. Canan AKAY' a,

Uzmanlık eğitimim süresince desteğini esirgemeyen ESOĞÜ Diş Hekimliği Fakültesi Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı Başkanı Sayın Prof. Dr. Emre MUMCU' ya,

Yüzey işlemleri yapımı esnasında desteğini esirgemeyen ESOĞÜ Yüksek Enerji ve Plazma Fiziği Anabilim Dalı Başkanı, Sayın Prof. Dr. Suat PAT'a,

İstatistiksel analizlerin gerçekleştirilmesinde yardımını esirgemeyen Sayın Arş. Gör. Dr. Muzaffer BİLGİN'e,

Birlikte çalıştığım, yardım ve desteğini esirgemeyen tüm ESOĞÜ Diş Hekimliği Fakültesi personeline, asistan arkadaşlarıma, Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı çalışanlarına,

Her zaman hayır duasıyla bana destek olan annem Rasime ve babam Vilayeddin'e, varlıklarıyla beni hayata bağlayan kızlarım Türkan ve Nermin'e gösterdikleri sabır ve anlayış için

Sonsuz teşekkürlerimle...

Arş. Gör. Dt. Natiga İSRAFİL

ÖZET

Polietereterketon Materyaline Uygulanan Farklı Yüzey İşlemlerinin Rezin Kompozit İle Bağlanma Dayanımına Etkisinin Değerlendirilmesi

Amaç: Bu çalışmanın amacı farklı plazma yüzey işlemleri uygulanarak polietereterketon ve veneer kompozit arasındaki yetersiz yüzey bağlantısının artırılmasını değerlendirmektir.

Materyal ve Metot: Yüzeyleri standardize edilmiş 130 adet polietereterketon çubuk 5 gruba (n=26) ayrıldı ve farklı plazma işleme tabi tutuldu (%100 Argon plazma, %50 Argon+%50 Oksijen plazma, %50 Argon+%50 Nitrojen plazma, %75 Argon+%12.5 Oksijen+%12.5 Nitrojen plazma ve Kontrol grubu). Yüzey pürüzlülüklerini değerlendirmek amacıyla, her gruptan seçilen birer örnek, Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) (n=5) ve Atomik Kuvvet Mikroskopunda (AFM) (n=5) incelendi. Islanabilirliği “sessile drop” tekniği (n=20) ile değerlendirmek için ise örnekler üzerinde dört farklı sıvı ile (diiodometan, etilen glikol, formamid, su) temas açıları ölçüldü. Her gruptaki (n=20) örneklerin yarısının yüzeyine Visio.link (n=10) primer uygulandı. Tüm örnekler kompozit ile bağlanarak makaslama testine tabi tutuldu.

Bulgular: Visio.link primer uygulanmış Ar plazma ve Ar/O₂/N₂ gruplarının ortalama bağlanma dayanım değerleri (sırasıyla 13.86 ve 13.60 MPa), kontrol grubundakinden (8.95 MPa) istatistiksel olarak yüksek bulunmuştur. Visio.link alt gruplarının makaslama bağlanma dayanımı değer ortalamaları, Visio.link uygulanmamış alt gruplardakinden yüksek bulunmuştur. Visio.link uygulanmamış gruplarda bağlanma dayanımı ortalamaları arasında istatistiksel bir fark oluşmamıştır (p>0.05).

Sonuç: Primer (Visio.link) uygulanmayan tüm alt gruplarda bağlanma dayanım değerleri (1.13-2.99 MPa) ISO standartlarının (>5 Mpa) altında kaldığından kaplama kompozitler, primer olmaksızın polietereterketon alt yapıya uygulanmamalıdır. Argon plazmasının tek (%100), ya da argon+oksijen+nitrojen plazma şeklinde kullanılması polietereterketon/kompozit bağlanmasını artırır.

Anahtar kelimeler: Makaslama Bağlanma Dayanımı, Polietereterketon, Plazma, Yüzey İşlemleri.

ABSTRACT

Evaluation of the Effect of Different Surface Treatments Applied on Polyetheretherketone Material on Bonding Resistance with Resin Composite

Aim: The aim of this study is to evaluate the bond strength between the veneer composite by applying different plasma surface treatments to the polyetheretherketone surface.

Material and Method: 130 polyetheretherketone bars with standardized surfaces were divided into 5 groups (n=26) and subjected to different plasma treatment (100% Argon plasma, 50% Argon+50% Oxygen plasma, 50% Argon+50% Nitrogen plasma, 75% Argon+12.5% Oxygen+12.5% Nitrogen plasma and Control group). In order to evaluate the surface roughness, a sample selected from each group was examined in a Scanning Electron Microscope (SEM) (n=5) and Atomic Force Microscope (AFM) (n=5). In order to evaluate the wettability with the “sessile drop” technique (n=20), the contact angles of four different liquids (diiodomethane, ethyleneglycol, formamide, water) were measured on the samples. Visio.link primer (n=10) was applied to the surface of half of the samples in each group (n=20). All samples were bound with shear and subjected to shear test.

Results: The mean bond strength values (13.86 and 13.60 MPa, respectively) of Ar plasma and Ar/O₂/N₂ groups with Visio.link primer applied were statistically higher than in the control group (8.95 MPa). The shear bond strength values of Visio.link subgroups were found to be higher than those of the Visio.link-free subgroups. In groups without Visio.link application, there was no statistically significant difference between the bond strength averages (p>0.05).

Conclusion: Since the bond strength values (1.13-2.99 MPa) remain below the ISO standards (>5 Mpa) in all subgroups that do not apply primer (Visio.link), the coating composites should not be applied to the polyetheretherketone substrate without primer. The use of argon plasma as a single (100%), or as argon+oxygen+nitrogen plasma increases the polyetheretherketone/composite connection.

Keywords: Polyetheretherketone, Plasma, Shear Bond Strength, Surface Treatments

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Kısaltmalar

AFM:	Atomik Kuvvet Mikroskobu
BT	Bilgisayarlı Tomografi
CAD/CAM:	Bilgisayar Destekli Tasarım/Bilgisayar Destekli Üretim
CFR PEEK:	Karbon fiber takviyeli polietereeterketon
EGDMA:	Etilen glikol dimetakrilat
FDM:	Eriyik yığıma modelleme
GFR PEEK:	Cam fiber takviyeli polietereeterketon
GPa:	Gigapaskal
HAp:	Hidroksiapatit
HBP:	Hareketli bölümlü protez
ISO:	Uluslararası Standartizasyon Örgütü
MMA:	Metil metakrilat
MR:	Manyetik Rezonans
MPa:	Megapaskal
N:	Newton
PAEK:	Poliarileterketon
PEEK:	Polietereeterketon
PENTİA:	Penta eritriol tri akrilat
PES:	Polietilen sülfon
PMMA:	Poli metil metakrilat
PVDF:	Polivinildiflorür
Ra:	Ortalama yüzey pürüzlülüğü

RF:	Radyo Frekans
SBP:	Sabit bölümlü protez
SEM:	Taramalı Elektron Mikroskobu
SiC:	Silikon karbid
SLS:	Seçmeli Lazer
UV:	Ultraviyole ışın
W:	Watt
cm:	Santimetre
nm:	Nanometre
mm:	Milimetre
mm²:	Milimetrekare
mm/dk:	Milimetre/dakika
µm:	Mikrometre
sn:	Saniye
dk:	Dakika

Simgeler

°C:	Santigrad derece
%:	Yüzde

Formüller

Al₂O₃:	Alüminyum oksit
H₂SO₄:	Sülfürik asit

Al:	Alüminyum
Ar:	Argon
He:	Helyum
N₂:	Nitrojen
O₂:	Oksijen
Ti:	Titanyum
Zr:	Zirkonyum
H₂O₂:	Hidrojen peroksit
H₂SO₅:	Peroksimonosülfürik asit
HF:	Hidroflorik asit
TiO₂:	Titanyum dioksit
Ti-Mo:	Titanyum molibden
Ni-Ti:	Nikel titanyum
CrCo:	Krom-kobalt

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Şekil No</u>	<u>Sayfa No</u>
Şekil 2.1. PEEK'in sentezi.....	4
Şekil 2.2. Toz, pelet, çubuk formunda PEEK.....	9
Şekil 2.3. CAD/CAM ile PEEK üretimi.....	10
Şekil 2.4. PEEK'in diş hekimliğinde kullanım alanları.....	13
Şekil 2.5. PEEK abutmentler.....	15
Şekil 2.6. PEEK hareketli bölümlü protez.....	18
Şekil 2.7. PEEK sabit bölümlü protez.....	19
Şekil 2.8. Plazma cihazının şematik görüntüsü, RF-radyo frekansı.....	23
Şekil 2.9. Sıvı damlası ve sert yüzey arasındaki temas açısı; (a) hidrofilik yüzeylerde ve (b) hidrofobik yüzeylerde.....	26
Şekil 3.1. CopraPeek light PEEK bloğu.....	30
Şekil 3.2. PEEK örneklerin bilgisayarda tasarımı.....	30
Şekil 3.3. D15S-Yenadent frez cihazı ve frezleri.....	31
Şekil 3.4. PEEK örneklerin Yenadent frez cihazı ile hazırlanması.....	31
Şekil 3.5. Yenadent frez cihazı ile hazırlanmış 10 mm ×5 mm ×2 mm boyutlarında PEEK örnek.....	31
Şekil 3.6. Otopolimerize akrilik rezin (İntegra, Türkiye).....	32
Şekil 3.7. PEEK örneklerin otopolimerize akrilik rezine gömülmesi.....	32
Şekil 3.8. Meta Serv 250 Buehler aşındırma ve polisaj cihazı.....	33
Şekil 3.9. Tesviye yapılmış PEEK örnekler.....	33
Şekil 3.10. RF sıçratma sistemi vakum odası, plazma uygulanması.....	34
Şekil 3.11. Plazma gazları.....	34
Şekil 3.12. Çalışmada oluşturulan grupların şematik görüntüsü.....	35

Şekil 3.13. Hitachi Regulus 8230 FE- Taramalı Elektron mikroskobu (SEM).....	37
Şekil 3.14. Altın kaplama cihazı Leica EM ACE600 ve altın-paladyum kaplanmış PEEK örnek.....	38
Şekil 3.15. Veeco/Multimode V, Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM).....	38
Şekil 3.16. Attension Theta Lite Tensiometer temas açısı ölçümü cihazı.....	39
Şekil 3.17. Visio.link primer'in görüntüsü.....	40
Şekil 3.18. Polimerizasyon cihazı Planmeca Ünitesi.....	40
Şekil 3.19. Kompozit kaplama materyali G-ænial Posterior A3.....	41
Şekil 3.20. Ultradent kompozit tepim kalıbına kompozitin tepilmesi.....	41
Şekil 3.21. Kompozit tepilmiş PEEK örnek.....	41
Şekil 3.22. Mod Dental Bağlanma dayanımı ölçümü için universal test cihazı.....	42
Şekil 3.23. PEEK yüzeyine paralel olacak şekilde kuvvet uygulanması.....	42
Şekil 3.24. PEEK örneklerin bağlanma dayanımı ölçümü.....	43
Şekil 4.1. Tüm grupların bağlanma dayanımı değerleri.....	49
Şekil 4.2. Tüm Visio.link altgrupların bağlanma dayanımı değerleri.....	49
Şekil 4.3. Grup ArP, ×500, ×1000, ×2000, ×5000, ×10000, ×20000 büyütme.....	50
Şekil 4.4. Grup ArOP, ×500, ×1000, ×2000, ×5000, ×10000, ×20000 büyütme.....	51
Şekil 4.5. Grup ArNP, ×500, ×1000, ×2000, ×5000, ×10000, ×20000 büyütme.....	52
Şekil 4.6. Grup ArONP, ×500, ×1000, ×2000, ×5000, ×10000, ×20000 büyütme.....	53
Şekil 4.7. Grup C, ×500, ×1000, ×2000, ×5000, ×10000, ×20000 büyütme.....	54
Şekil 4.8. Grup ArP AFM İncelemesi Bulguları.....	55
Şekil 4.9. Grup ArOP AFM İncelemesi Bulguları.....	56
Şekil 4.10. Grup ArNP AFM İncelemesi Bulguları.....	56
Şekil 4.11. Grup ArONP AFM İncelemesi Bulguları.....	57
Şekil 4.12. Grup C AFM İncelemesi Bulguları.....	57

Şekil 4.13. ArP grubuna ait temas açısı ölçüm görüntüleri; A-Diiodometan; B-Etilen glikol; C-Formamid; D-Su.....	60
Şekil 4.14. ArOP grubuna ait temas açısı ölçüm görüntüleri; A-Diiodometan; B-Etilen glikol; C-Formamid; D-Su.....	61
Şekil 4.15. ArNP grubuna ait temas açısı ölçüm görüntüleri; A-Diiodometan; B-Etilen glikol; C-Formamid; D-Su.....	61
Şekil 4.16. ArONP grubuna ait temas açısı ölçüm görüntüleri; A-Diiodometan; B-Etilen glikol; C-Formamid; D-Su.....	62
Şekil 4.17. C-kontrol grubuna ait temas açısı ölçüm görüntüleri; A-Diiodometan; B-Etilen glikol; C-Formamid; D-Su.....	62

TABLolar DİZİNİ

<u>Tablo No</u>	<u>Sayfa No</u>
Tablo 2.1. PEEK, CFR-PEEK, PMMA ve mineralize insan dokularının dayanım kuvveti ve elastik modülü.....	6
Tablo 3.1. Çalışma için kullanılan materyaller, materyallerin üretici firma ve içeriği....	28
Tablo 3.2. Çalışmada kullanılan cihazlar ve üretici firmaları.....	29
Tablo 3.3. Plazma çalışma parametreleri.....	36
Tablo 4.1. Bağlanma Dayanımı ölçüm sonuçları (MPa).....	44
Tablo 4.2. Bağlanma Dayanımı medyan değerleri, maksimum ve minimum değerler (MPa).....	45
Tablo 4.3. Gruplarda bağlanma dayanımı değerlerinin karşılaştırılması.....	46
Tablo 4.4. Ayrı ayrı gruplarda ortalama yüzey pürüzlülük (Ra) değerleri.....	55
Tablo 4.5. Visio.link gruplarında bağlanma dayanımı ve yüzey pürüzlülük (Ra) değerlerine göre grup sıralamalar.....	58
Tablo 4.6. PEEK örneklere farklı solüsyonlar uygulanarak alınmış ortalama temas açısı ölçüm değerleri.....	58
Tablo 4.7. Visio.link gruplarında bağlanma dayanımı ve Diiodometan temas açıları değerlerindeki yüksekliğe göre grup karşılaştırmaları.....	58
Tablo 4.8. Visio.link gruplarında bağlanma dayanımı ve Etilen glikol temas açıları değerlerindeki yüksekliğe göre grup karşılaştırmaları.....	59
Tablo 4.9. Visio.link gruplarında bağlanma dayanımı ve Formamide temas açıları değerlerindeki yüksekliğe göre grup karşılaştırmaları.....	59
Tablo 4.10. Visio.link gruplarında bağlanma dayanımı ve temas açıları değerlerindeki yüksekliğe göre grup karşılaştırmaları.....	59
Tablo 4.11. Yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve Diiodometan temas açısı değerlerine göre grup	

karşılaştırmaları.....	59
Tablo 4.12. Yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve Etilen glikol temas açısı değerlerine göre grup karşılaştırmaları.....	60
Tablo 4.13. Yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve Formamide temas açısı değerlerine göre grup karşılaştırmaları.....	60
Tablo 4.14. Yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve su temas açısı değerlerine göre grup karşılaştırmaları.....	60



1.GİRİŞ

Polietereterketon (PEEK), keton ve eter fonksiyonel gruplarının birbirlerine bağlanmasıyla aromatik temel yapı ve moleküler zincirden oluşan yüksek sıcaklık termoplastik polimerin yeni ailesi olan poliarileterketon (PAEK) grubundan bir polimerdir.¹⁻⁶

PEEK, yüksek sıcaklıklarda mükemmel mekanik özellikler sergiler; aşınma, elektrik ve sıcaklık direnci, boyutsal stabilitesi ve işlenebilmesiyle benzersiz özelliğe sahip sert, opak bir materyaldir.^{2, 7}

Birçok alanda metal yerine kullanılan birkaç polimerden biridir. Tıp alanında ise omurga ameliyatlarında, intervertebral disklerde, parmak protezlerinde, kırıkların sabitlenmesinde, çene yüz ameliyatlarında ve eklem protezlerinde kullanılmaktadır.⁸

Diş hekimliğinde PEEK, abutmentler, sabit protez altyapıları ve hassas tutucuları da içeren hareketli parsiyel protez altyapı tasarımlarında kullanılabilir.^{5, 7} Bu materyal parsiyel protez altyapılarının, hastanın bireysel anatomisine uygun dijital tasarımla hazırlanabilmesi ile hastaya kullanım kolaylığı sağlar. Protez altyapıları metal içermediği için ağızda metal tadı oluşturmaz. Termal ya da elektriksel iletkenliğe sahip değildir, radyolüsent görüntü verir. Alerjen değildir, dayanıklı ve hafiftir. PEEK altyapılar çiğneme sırasında stres absorpsiyon özelliğine sahiptir. Aşınmaya karşı yüksek direnç gösterir.³

PEEK'in inert özelliği nedeniyle kemiğe iyi entegre olmaz.⁹⁻¹¹ PEEK'in yüzey modifikasyonu, entegrasyon için gerekli özellikleri elde etmenin bir yöntemidir.²

Üstün mekanik^{2, 8} ve biyouyumluluk özellikleri ile^{8, 9} PEEK dental uygulamalar için uygun bir materyaldir. Bununla birlikte, PEEK'in grimsi beyaz rengi ve düşük translüens özellikte olması bir monolitik diş restorasyon materyali olarak kullanımını

sınırlandırmaktadır.⁵ Böylece, tatmin edici estetik elde etmek için polimer yüzeyinin kaplanması gerekmektedir. Ama yeterli fonksiyonel sonuç ve uzun vadeli stabilitenin sağlanabilmesi için PEEK ve veneer (kaplama) arasında dayanıklı bağlanma sağlanmalıdır.² Bağlanma; kimyasal, mikromekanik retansiyon veya bunların kombinasyonu ile oluşturulabilir. Kullanılan materyallerin bileşimi ve etkileşimine bağlıdır.¹² Bilimsel çalışmalarda farklı konsantrasyonlara sahip seramik dolduruculu PEEK materyalleri, doldurucusuz PEEK materyallerinden daha fazla kullanılmaktadır. Cam, silikon ve karbon dolduruculu PEEK materyalleri ise araştırmacıların daha az dikkatini çekmiştir.¹³ Çalışmaların birinde, argon (Ar)+oksijen (O₂) plazma işlemi görmüş doldurucusuz PEEK, %20 titanyum dioksit (TiO₂), %30 karbon ve başka doldurucu içerikli PEEK materyallerine kıyasla daha yüksek makaslama bağlanma dayanımı göstermektedir.¹²

PEEK yüzeyinde herhangi bir işlem yapılmadığında kimyasal bileşimi ve düşük yüzey enerjisi nedeniyle rezin materyallerle yetersiz bağlanma dayanımı oluşturur.^{2, 5} Adeziv bağlanma özellikleri, ıslanabilirlik ve sürtünme katsayısı gibi çok sayıda materyal özelliği yüzey işlenmesi ile önemli ölçüde etkilenebilir.¹⁴ Ayrıca, PEEK ile kompozit kaplama arasında daha kuvvetli bir bağlantı oluşmasında primerlerin olumlu katkısı belirtilmiştir.⁵ Bu ajanlar arasında metil metakrilat (MMA) içerikli Visio.link primeri daha etkin bulunmuştur.¹⁴⁻¹⁶

Plazma işlemi, geleneksel kuşlama veya kimyasal aşınmanın dezavantajlarının üstesinden gelmek için bir alternatif olarak kullanılmaktadır. Daha ucuz bir yöntem olan kuşlamanın¹⁷ potansiyel etkisi; uygulama mesafesine ve açısına bağlıdır. Basınç, partikül büyüklüğüne, tedavi süresine karşı hassas olduğundan değişkendir ve operatöre bağlıdır.¹³ PEEK yüzey işlemlerinde sülfürik asit (H₂SO₄) veya piranha solüsyonu gibi

yüksek güçlü konsantre asitlerin uygulanması kimyasal hasarlara neden olabilir. Bu yüzden klinik ve laboratuvar ortamları için güvensiz oldukları düşünülmektedir.¹⁸

Plazma işlemi farklı materyallerin yüzey enerjisini yükselterek, polimer materyallerin diğer materyaller ile bağlanma dayanımını artırır. Düşük penetrasyon seviyesine bağlı olarak, plazma modifikasyonu, materyalin fiziksel ve kimyasal özelliklerini koruyarak yüzey kalitesinin geliştirilmesini sağlar.^{4,19}

Bu çalışma, argon (Ar), argon/oksijen (Ar/O₂), argon/nitrojen (Ar/N₂) ve argon/oksijen/nitrojen (Ar/O₂/N₂) gazlarıyla plazma yüzey işlemlerinin, PEEK ile kaplama kompozit arasındaki makaslama bağlanma dayanımı üzerindeki etkilerini araştırmayı amaçlamıştır.

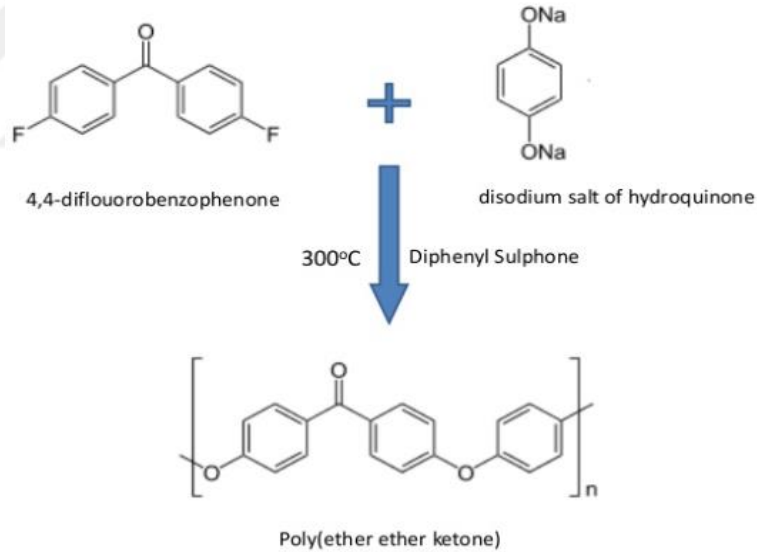
Çalışmamızın hipotezi, uygulanan plazma çeşitlerinden hiçbirinin makaslama bağlanma dayanımını arttırmayacağıdır.

2.GENEL BİLGİLER

2.1 PEEK Polimerinin Molekül Yapısı

PEEK ($-\text{C}_6\text{H}_4-\text{OC}_6\text{H}_4-\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CO}-$)_n, yarı kristalli doğrusal polisiklik aromatik bir polimerdir. PEEK, iki eter grubu ve bir karbonil grubu ile birbirine bağlanan üç aromatik halkanın tekrarlamasından oluşur.^{4, 6, 20, 21}

PEEK polimerinin sentezi, difenil sülfon eriticisi içinde 300°C'de 4,4'-diflorobenzofenon ve hidrokinon disodyum tuzu arasındaki reaksiyonu ile (Şekil 2.1) gerçekleşir.²²



Şekil 2.1. PEEK'in sentezi

2.2. PEEK Polimerinin Tarihi

PEEK materyali ilk olarak 1962 yılında Bonner tarafından PAEK'ten sentezlenmiştir.²³ 1960 yılından beri bu organik polimer üzerinde araştırmalar yapılmıştır. 1978 yılında bir grup İngiliz bilim adamı tarafından endüstriyel uygulamalar için

geliştirilmiş ve ticarileştirilmiştir.^{21, 24, 25} Günümüzde PEEK; fiber, film, kablo, rezin, membran ve kumaş gibi çeşitli şekillerde kullanılabilir.²⁴

1990'ların sonlarına doğru PEEK materyali, omurga cerrahisinde metal implant materyallerinin yerine kullanılmıştır. Daha sonra karbon fiber takviyeli PEEK'in (CFR-PEEK) ortaya çıkmasıyla, bu yeni kompozit materyal yapay kalça eklemlerinde kırık fiksasyonu ve femoral protez için kullanılmıştır.²⁴ 1992 yılında PEEK, dental uygulamalar için önce estetik abutmentler şeklinde, daha sonra implant materyali olarak kullanılmıştır. O zamandan beri implantın çalışma özelliklerini değiştirmek ve geliştirmek için birçok değişiklik yapılmıştır.⁶

2.3. PEEK Polimerinin Genel Özellikleri

PEEK; yüksek kırılma, kayma (creep), ve hidrolize direnci gibi mükemmel mekanik özelliklere sahiptir.⁷

PEEK, 335.8°C'ye kadar yüksek termal stabiliteye sahip gri beyaz, radyolüsent ve sert bir materyaldir. Alerjik ve toksik değildir. Düşük plak birikim eğilimi vardır. PEEK'in bükülme modülü 140-170 megapaskal (MPa), yoğunluğu 1300 kg/m³ ve termal iletkenliği 0.29 W/mK'dir. Elastik modülü 3-4 gigapaskaldır (GPa).²¹

PEEK materyali, 143°C'de cama geçiş sıcaklığına ve 343°C'de erime sıcaklığına sahiptir. Bazı PEEK formları 250°C'ye kadar çalışma sıcaklığına sahip olabilir. Isı iletkenliği sıcaklıkla doğrusal olarak artar. PEEK'in mekanik özellikleri basınçlı buhar, etilen oksit ve gamma sterilizasyon işlemi sırasında değişmez.²¹

PEEK'in gösterdiği üstün mekanik özellikleri, biyouyumluluğu ve tüm organik, inorganik kimyasallara direnci nedeniyle dental uygulamalar için avantajlı bir materyal olduğu iddia edilmektedir.¹⁴ Bu materyal, diş hekimliğinde kompozit, seramik veya zirkonyuma göre yenidir.²⁶ Elastik modülü ve gerilme özellikleri insan kemiği, mine ve dentine yakındır (Tablo 2.1).^{22, 27}

Tablo 2.1. PEEK, CFR-PEEK, PMMA ve mineralize insan dokularının dayanım kuvveti ve elastik modülü²²

Materyal	Dayanım Kuvveti (MPa)	Elastik Modülü (GPa)
PEEK	80	3-4
CFR-PEEK	120	18
Kortikal kemik	104-121	14
PMMA	48-76	3-5
Dentin	104	15
Mine	47.5	40-83
Titanyum	954-976	102-110

Lieberman ve ark.²⁸ yaptığı in vitro araştırmada PEEK'i, polimetil metakrilat (PMMA) ve kompozit rezinler ile karşılaştırmış, PEEK'in düşük çözünürlük ve su emme değerlerine sahip olduğunu bildirmişlerdir.²⁶

PEEK'in inert özellikte olması kemikle kaynaşmasını olumsuz etkiler.⁹⁻¹¹ İşlenmemiş PEEK hidrofobiktir, su temas açısı 80-90 derecedir.^{29, 30} Materyal modifikasyonu, PEEK'in biyoaktivitesini arttırmanın bir yoludur. Barkarmo ve ark.³¹ tavşan kemiğinde yüzeyi modifiye edilmiş PEEK implantlarının osseointegrasyonunu inceledikleri çalışmalarında, nano kristal hidroksiapatit (nano-HAp) ile kaplı PEEK implantlarının kaplanmamış PEEK implantlarına göre daha iyi osseointegrasyon gösterdiğini bildirmişlerdir.³²

Osteokondüktifliği arttırmak için PEEK yüzeyi plazma spreji kullanılarak hidroksiapatitle (HAp) kaplanabilir.^{22,33,34} Plazma aracılığıyla implant yüzeyine kaplanan HAp'le pürüzlü yüzey oluşturulur. Apatit parçacıkları pürüzlü (Ra=7) kalın tabaka meydana getirdiğinden bu işlemlerin büyük boyutlu implantlarda yapılması daha uygundur.³⁴ Çünkü apatit parçacıkları küçük implant yüzeyinden koparak başarısızlığa neden olabilir.²²

PEEK yüzeyine nano kalsiyum hidroksiapatit kaplanmasının başka metodu spin kaplama yöntemidir. Yüksek hızla döndürülen implant yüzeyine organik çözücüde

eritilmiş apatit yavaşça damlatılır. Sıcak işlemde sonra implant yüzeyinde ince HAp oluşur. Hayvanlar üzerinde yapılan çalışmalarda dönme ile kaplanmış PEEK yüzeyinde kemik implant temasının yüksek olduğu görülmüştür. Titanyum (Ti) ile PEEK yüzeyinin kaplanması hidrofilik özelliğini yükselterek hücre proliferasyonunu artırır.²²

Nakahara ve ark.³⁵ CFR-PEEK'in koyun kalçasına implantasyonunu araştıran çalışmasında CFR-PEEK yüzeyine titanyum dioksit (TiO₂) uygulamış, HAp plazma ile spreylemiş (17 nm) ve trikalsiyum fosfata daldırmışlardır. CFR-PEEK'in herhangi bir metal iyon sızmaksızın mükemmel biyolojik uyumluluk ve mekanik özellikleri kalça implantı için uygun olduğunu göstermiştir. Bu bulgu, aynı zamanda kaplanmış PEEK materyalinin, dental implant uygulaması için uygun olduğunu göstermektedir.²²

2.4. PEEK Polimerinin Avantajları

PEEK hafiftir, krom-kobalt (CrCo) seramiklere uygun bir alternatif olabilir. Ayrıca, ağızdaki diğer metallere temas ettiğinde korozyona uğramaz.²⁵

PEEK biyomedikal materyal olarak uygun mekanik özellikler, yüksek termal ve kimyasal dayanıklılık gösterir. Işınlanma ve sterilizasyona dirençlidir. Alerjik ve mutajenik değildir, üstün biyouyumluluk değerlerine sahiptir.^{32, 36} PEEK'in kimyasal stabilite ve dayanıklılığı vücutta uzun süre bozulmadan kalmasını sağlar.³⁰

PEEK'in boyutsal stabilitesi mükemmeldir, yüksek mekanik özelliktedir, sert ve dayanıklıdır.³⁰ Yüksek sıcaklık dayanımı, metal içermemesi nedeniyle metalik bir tadın ve metal alerjisinin olmaması ve dijital olarak hastanın anatomisine uyacak şekilde tasarlanabilir olması hastanın kullanımı için yüksek konfor sağlamaktadır. Saf materyaldir, katkı maddesi yoktur ve renksizdir. Antagonist dişte aşındırma oluşturmaz.^{4, 6, 22, 37}

PEEK materyali diğer materyallerle düşük reaktiviteye sahiptir.²⁵ PMMA'dan daha az su emer ve PMMA gibi polimerizasyon işlemi sırasında büzülme göstermez.

Düşük elastik modüle sahip olması, PEEK'i kemik kadar esnek yaparak stres kırıcı olarak hareket etmesine ve restorasyonlara aktarılan kuvvetleri azaltmasına izin verir.¹⁵

Radyolüsent olduğundan PEEK; röntgen, Bilgisayarlı Tomografi (BT) taraması veya Manyetik Rezonans (MR) görüntülemeye titanyum ile karşılaştırıldığında görüntüde bozulma oluşturmama özelliğine sahiptir.^{30, 38, 39}

2.5. PEEK Polimerinin Dezavantajları

PEEK materyalinin kullanımı yüksek maliyet içermektedir.³⁷ PEEK'in monolitik restorasyon olarak kullanımını sınırlayan bazı estetik dezavantajları vardır. PEEK optik özellikleri açısından değerlendirildiğinde; düşük translüsen özelliğe ve grimsi bir renge sahiptir. Bu nedenle, rezin kompozit kaplama ile kaplanması gerekir. Düşük yüzey enerjisi ve farklı kimyasal işlemlerle yüzey modifikasyonuna karşı direnci, kaplama rezin kompozitleri ve PEEK yüzeyleri arasında yeterli bağlanma dayanımı elde etmeyi zorlaştırmaktadır.⁵

PEEK'in dezavantajlarından bir diğeri hidrofobik yüzeye (su temas açısı $>80^\circ$) sahip olmasıdır.^{29, 30} Farklı polimer materyallerinin yüzeyinde hidrofilik özellik oluşturmak için plazma ışınlanması en fazla kullanılan yöntemdir.⁴⁰

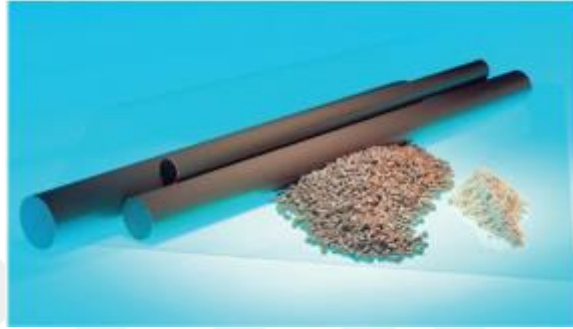
2.6. PEEK Polimerinin Üretim Yöntemleri

2.6.1. Enjeksiyon Kalıplama Yöntemi

Enjeksiyon Kalıplama yöntemi, PEEK implant parçaları üretmek için uygundur. PEEK pelet veya granül kullanılarak üretilir ve makinede döküm yapılır. Granüller otomatik olarak ısıtılarak eritilir ve basınç altında sıcak kalıba akar. PEEK birleştikten sonra otomatik olarak kalıptan çıkar ve yeni döngü başlar. Bu yöntemle PEEK implant parçaları ve karbon fiberle güçlendirilmiş PEEK materyali kalıplanabilir. PEEK için tavsiye edilen kalıplama yüzey sıcaklığı $175-205^\circ\text{C}$ 'dir.⁴¹

2.6.2. Çekme-Ekstrüzyon Yöntemi

Çekme-Ekstrüzyon Yöntemi, PEEK pelet, granüller kullanılarak uzun şekilli PEEK çubuk, levha ve monofilament lifleri üretmek için kullanılmaktadır (Şekil 2.2). Üretim aşaması Enjeksiyon Kalıplama Yöntemine benzer özellikler gösterir. Basınç altında erimiş polimer, sıcak kalıptan çıkma hattı boyunca yavaşça oda sıcaklığına kadar soğutularak çıkarılır.⁴¹



Şekil 2.2. Toz, pelet, çubuk formunda PEEK⁴¹

2.6.3. Sıkıştırma Kalıplama Yöntemi

Sıkıştırma Kalıplama Yöntemi ile kalın PEEK tabaka ve levhalar üretilmektedir. Pelet ve granüller iki tane ısıtılmış baskı levhası arasında sıkıştırılır, ısıtılır ve birleştirilir. Enjeksiyon Kalıplama Yöntemi ile kıyasladığımızda daha ucuzdur, ancak üretim aşamasının uzun sürmesi fazla üretilmesi için uygun değildir.⁴¹

2.6.4. Seçmeli Lazer Sinterleme

Seçmeli Lazer Sinterleme (SLS), PEEK için en popüler üretim teknolojisidir.⁴²⁻⁴⁴ Bununla birlikte, yüksek maliyeti, düşük penetrasyon kabiliyeti ve yoğun lazer ışını, büyük alanların veya laminaların sinterlenmesini önler.⁴⁴

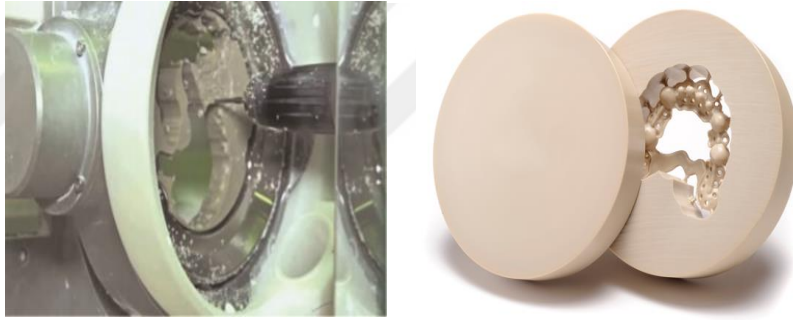
2.6.5. Eriyik Yığılma Modelleme

Eriyik Yığılma Modelleme (FDM), büyük boyutlu tıbbi implantlar üretmek için kullanılan popüler ve hızlı büyüyen üç boyutlu (3D) baskı yöntemlerinden biridir. FDM parçalarının mekanik özellikleri temel olarak üretim baskı sıcaklığı, baskı hızı, tarama

yolu, katman kalınlığı, apı, oda sıcaklığı ve doldurucu (filler) oranı gibi parametrelere baęlıdır.⁴⁴

2.6.6. CAD/CAM ile Üretim Yöntemi

PEEK'in bilgisayar destekli tasarım/bilgisayar destekli üretim (CAD/CAM) ile işlenmesi, dental restorasyonlar için altyapının geliştirilmiş kenar kontrolü, sıkı oturma ve daha az frez aşınmasını sağlar. PEEK blokları, CEREC frez makinesi ve standart frezler kullanılarak (Şekil 2.3) başarılı bir şekilde işlenebilir.⁶ CAD/CAM ile üretilen 3 üyeli PEEK protezlerinin granüler-preslenmiş veya pelet şekilli PEEK protezlerine göre daha yüksek kırılma direncine sahip olduğu öne sürülmüştür. CAD/CAM ile hazırlanmış PEEK sabit protezlerin kırılma direnci; lityum disilikat, cam seramik, alüminyum ve zirkonyumdan daha yüksektir.²⁵



Şekil 2.3. CAD/CAM ile PEEK üretimi

2.7. PEEK Polimerinin Kullanım Alanları

PEEK polimerinin geleneksel kullanılmış metallerin yerine çok farklı kullanım alanları vardır. Otomobiller, uçaklar, endüstriyel pompalar, kapakçıklar ve contalar için bileşenlerden konnektörlere, sterilize edilebilir cerrahi aletlere ve medikal implant pazarına kadar uygulama alanları mevcuttur.^{20, 24}

Geliştirilmiş mekanik özellikleri, yüksek termal ve kimyasal dayanıklılığı, doldurucusuz veya fiber takviyeli PEEK kompozitlerini yüksek performanslı uygulamalar için uygun kılar.²⁵ Birçok alanda metal yerine kullanılan birkaç polimerden

biridir. Tıp alanında ise omurga ameliyatlarında, intervertebral disklerde, parmak protezlerinde, kırıkların sabitlenmesinde, çene yüz ameliyatlarında ve eklem protezlerinde kullanılmaktadır.^{8, 45}

2.7.1. Kranioplastide PEEK

İnkalar ve Mısırlıların, kafatasları yeniden yapılandırmak için su kabakları ve ince altın plakları kullanılmasıyla başlayan kranioplastide, 3D modellemenin modern çağında çeşitli yüksek teknolojik materyaller kullanılmaktadır. Kranioplasti için ileri bir materyal olan PEEK, yüksek dayanım kuvveti ve elastikliği ile kemiği stresden korur. Termal iletimi metal implantlardan daha iyi bir şekilde önleyebilir. Ameliyathanede kolayca modifiye edilir, sterilize edilerek enfeksiyondan arandıktan sonra tekrar kullanılabilir.⁴⁶

2.7.2. İntervertebral Füzyon için PEEK

Spinal füzyon için kafes teknolojisi ilk olarak 1988 yılında Bagby tarafından önerilmiştir. Çoklu kafes materyalleri düşünülmüş ve her materyal için sınırlamalar belirlenmiştir. Ti ve PEEK spinal kafesler için en çok kullanılan materyallerdir.^{46, 47} Bu materyallerin her ikisi de biyouyumluluk göstermiştir.

2.7.3. Total Eklem Artroplastisinde PEEK

Total Eklem Artroplastisi (TEA) başarısızlıkları beş nedene bağlı olarak tanımlanabilir:

1. Aseptik gevşeme
2. Enfeksiyonlar
3. Polietilen malzeme aşınması/osteoliz
4. İnstabilite
5. Periprostetik kemik kırıkları

Bu başarısızlık tiplerinden en az üçü, gerilim koruyucu mekanizmalar tarafından indüklenebilir. Bunun çözümü, daha uyumlu materyallerin kullanılmasıdır ki bu,

yüklenmenin periprostetik kemik üzerinde fizyolojik olarak dağıtılmasına izin verecektir. Son birkaç yılda total eklem replasmanında polimerin potansiyelini araştırmak için denemeler yapılmıştır.⁴⁶ Bu amaçla, PEEK ve karbon fiber kompozit materyalleri, 1990 yılında tanıtılmıştır.⁴⁶

2.7.4. Yumuşak Doku Onarımında PEEK

PEEK'in uygun biyouyumluluğunun yanı sıra mekanik fiksasyonu ve başlangıç stabilitesi nedeniyle destek materyali olarak da kullanılmıştır. Yumuşak doku tedavisi için 3D PEEK materyalinin uygulanması küçük bir işlem olsa da, PEEK materyalinin tıbbi alanda kullanılması üzerinde geniş kapsamlı bir etkiye sahiptir.⁴⁶

2.7.5. Kalp Cerrahisinde PEEK

PEEK, son yıllarda kalp ameliyatlarında uygulanmaktadır. 1994 yılında, Leat ve Fisher⁴⁸ tarafından poliüretan yaprakçık (leaflet) kalp kapakçıklarının tasarımı için yeni bir yöntem olarak sunuldu. Bu tasarımda, kapakçığın iskeleti PEEK'ten yapılmış, daha sonra ince bir tabaka halinde polimerle kaplanmıştır.⁴⁶ Kalp cerrahisinde PEEK uygulamasının farklı bir örneği, mikro eksenli pompa çark rotorunun yapımıdır. Bu cihaz, kalp-akciğer makinesini değiştirebilir ve genellikle diğer teknolojilere göre daha az invaziv olabilir.⁴⁶

2.8. PEEK Polimerinin Diş Hekimliğinde Kullanım Alanları

İmplantlar, implant destekli protezler için geçici abutmentler, iyileşme başlıkları, implant destekli barlar, kroşeler, hareketli bölümlü protez (HBP) ve sabit bölümlü protezlerde (SBP) altyapı materyali olarak %20 inorganik dolduruculu modifiye PEEK materyalleri de kullanılmaktadır (Şekil 2.4). Daha önce de belirtildiği gibi, diğer termoplastik polimerler arasında PEEK, PMMA'dan daha az su absorbe eder, kompozit rezin veya PMMA gibi polimerizasyon sırasında büzülmez. Materyalin düşük elastik

modülü, onu kemik kadar esnek yapar, stres kırıcı gibi davranış sergilemesine ve restorasyonlara aktarılan kuvvetlerin azalmasına olanak sağlar.¹⁵



Şekil 2.4. PEEK polimerinin diş hekimliğinde kullanım alanları

2.8.1. PEEK Polimerinin İmplant Materyali Olarak Kullanımı

Oral kemik içi implantlar için tercih edilen materyal, 1960'ların sonunda Branemark tarafından sunulan saf Ti'dur. Saf Ti kullanımı bazı problemlere neden olmuştur. Bu problemlerden biri Ti'a karşı aşırı duyarlılık reaksiyonudur. Ti implant, elastik modülü ve çevredeki kemik arasında elastiklik farkı nedeniyle yük transferi sırasında implant-kemik ara yüzeyinde istenmeyen strese neden olabilir. Bunun sonucunda periimplantitis sonrasında implant gevşemesi ve implant kaybına yol açar.⁴⁹⁻⁵¹ Ayrıca, Ti estetik sorunlara neden olabilir. Giderek artan sayıda hastalar, diş rekonstrüksiyonu için tamamen metal içermeyen materyaller talep etmektedir.^{49, 50}

PEEK kemiğe benzer elastik modüle sahip metal olmayan bir materyaldir. Bu nedenle Ti'a kıyasla PEEK, yeni bir dental implant materyali olarak kabul edilebilir.^{49, 50} Mekanik özelliklerini daha iyi anlamak için PEEK materyallerde (dolduruculu, doldurucusuz ve güçlendirilmiş kaliteler dahil) elastik modül, elastiklik sınırı ve basınca

dayanım testleri gerçekleştirilmiştir. CFR-PEEK örneklerinde elastik modülün peri-implant kemik elastik modülüne yakın olduğu görülmüştür⁴⁶ (Tablo 2.1).

PEEK'in çok çeşitli avantajları olsa da, biyo inert doğası, etrafındaki kemikle iyi bir şekilde birleşmesini engeller ve daha geniş klinik uygulamaları sınırlar. Araştırmacılar bu materyalin biyolojik özelliklerini iyileştirmek için farklı yöntemler üzerinde çalışmışlardır.⁴⁹

Sonlu elemanlar analiz çalışmalarına göre CFR-PEEK implantı Ti'dan daha az stres oluşturabilir.⁵² Sarot ve ark.⁵³ araştırmasında Ti ve PEEK arasında stres dağıtımında fark olmadığını öne sürmüşlerdir.^{22, 53} Hayvanlar üzerinde yapılan çalışmalarda PEEK'in 3 yıl boyunca enfeksiyon oluşturmadan kaldığı gösterilmiştir.²⁹ PEEK'le geleneksel implant materyali olan zirkonyum (Zr) ve Ti arasında osseointegrasyon farkını gösteren az sayıda araştırma vardır.⁵⁴ PEEK'in mRNA'yı azalttığı, bunda yüzey proliferasyonunu azaltarak uzun zamanda sitotoksik etki oluşmasına neden olduğu bildirilmiştir.⁵⁵ Bazı çalışmalarda ise PEEK, Ti ve Zr'un biyo inertliği arasında fark bulunmamıştır.^{22, 55}

2.8.2. PEEK Polimerinin İmplant Abutment Materyali Olarak Kullanımı

Abutmentler, mekanik, biyolojik ve estetik beklentileri karşılayan bir materyal olmalıdır.^{25, 56, 57} Abutmentlerin üretiminde altın, Ti, Zr ve seramik gibi çeşitli materyaller kullanılır.^{25, 58} Ti ve alaşımları, korozyon ve aşırı duyarlılık reaksiyonlarına neden olur. Buna rağmen implant ve abutment üretiminde en sık kullanılan materyaldir.²⁵ Estetiğin öncelikli olduğu durumlarda, özellikle dişeti dokusunun ince olduğu bölgelerde estetik problemler görülebilir.

Abutment yapımı için altın materyalinin kullanımının maliyet açısından değerlendirildiğinde kullanımı avantajlı değildir.^{25, 58}

Zr abutmentler zamanla intraoral olarak aşınır. Ayrıca, mekanik direnç iyi olmadığında, abutment iç yapısında değişikliklere neden olur. Bu materyal, su ve sulu çözeltilerinde, düşük sıcaklıklarda bozulma, tetragonal fazdan monoklinik faza geçiş gibi dezavantajlarla karakterizedir. İn vitro ve in vivo çalışmalar sonucunda, alüminyum (Al) ve Zr seramik abutmentlerin kullanımının, tek bir diş implantı üzerinde tam seramik protez ile sınırlı olduğu gösterilmiştir. İmplantın vida kırılmasındaki zorluklar göz önüne alındığında, PEEK'ten yapılan vidalar daha kolay çıkarılabilir (Şekil 2.5). Yapılan testler, PEEK materyalinin 1200 Newton (N) çiğneme kuvvetine kadar dayanıklı olduğunu göstermiştir.²⁵



Şekil 2.5. PEEK abutmentler

Santing ve ark.⁵⁹ tarafından yapılan bir çalışmada, PEEK ve Ti geçici abutmentleri üzerine kompozit rezin kronları uygulanmış ve bunların kopma direnci karşılaştırılmıştır. PEEK dayanaklarına uygulanan kronların daha düşük direnç gösterdiği görülmüştür.²⁵

PEEK materyali, düşük elastik modülü nedeniyle çiğneme kuvvetlerinin implanta iletilmesini azalttığından, hem dayanak dişlerde hem de siman arayüzünde meydana gelen gerilmeleri azaltmaktadır.²⁵

PEEK'in biyouyumluluğu nedeniyle implant iyileşme başlığı olarak da kullanılabilir.²² PEEK iyileşme başlığı çevresinde Ti'a kıyasla daha fazla çok çekirdekli dev hücreler (monositler) bulunduğu gözlenmiştir.⁶⁰ Ancak Koutouzis ve ark.⁶¹ Ti ve PEEK abutmentler etrafında kemik erimesi ve yumuşak doku enflamasyonu arasında fark olmadığını bildirmişlerdir.²²

PEEK'in kemik onarımını destekleyebileceği düşüncesiyle abutment üretiminde Ti'a uygun bir alternatif olabileceği bildirilmiştir.^{22, 25} İmplantolojide stres kaynaklı problemleri PEEK'in çözebileceği düşünülmektedir. Yüksek mekanik özelliklerinden dolayı, bu materyal hem dayanak hem de protez materyali olarak kullanılabilir.^{25, 58}

2.8.3. PEEK Polimerinin Ortodontide Kullanımı

PEEK, ortodontik tel olarak da kullanılabilir. Polietilen sülfon (PES) ve polivinildiflorür (PVDF) gibi diğer polimerlerle karşılaştırıldığında; PEEK ortodontik teller, daha yüksek ortodontik direnç sağlar. Benzer ortodontik kuvvetler titanyum molibden (Ti-Mo) ve nikel-titanyum (Ni-Ti) materyalinden hazırlanmış teller ile de elde edilebilir.^{25, 62}

PEEK materyalinin estetik, metal içermeyen ortodontik tel olarak kullanmaya uygun bir aday olmasını sağlayan birçok avantajı bulunmaktadır.^{20, 62}

Boyutsal stabilitesi, mekanik dayanımı ve biyouyumluluğu sayesinde PEEK, yer tutucu yapımı içinde önerilmektedir.²⁰

2.8.4. PEEK Polimerinin Hareketli Bölümlü Protezlerde Kullanımı

Geleneksel CrCo alaşımlı HBP, ucuz tedaviye olanak sağlasa da, metal kroşelerin estetik olmayan görüntüsü, protezin göreceli ağırlığı, metal tadı, metallere aşırı duyarlılık reaksiyonları, parsiyel dişsiz hastalarda naylon ve asetal rezinler gibi çeşitli termoplastik materyallerin kullanılmaya başlanmasına neden olmuştur.^{63, 64} Naylonlar, estetikirler ve abutment dişler üzerinde düşük elastik modüllerinden dolayı dönme kuvvetlerinin azalmasını sağlarlar. Bir naylon HBP'nin en önemli problemi, özellikle de Kennedy sınıf, I ve II vakalarında oklüzal instabilite, protezin mukozaya gömülmesini engelleyen oklüzal tırnağın bulunmaması, iskelet materyalinin rijit olmayışı ve astarlamının yetersizliğidir. Asetal rezinler ile daha tutucu kroşe, konnektör, destekleyici parçalar ve

daha sert bir iskelet yapıyı meydana getirmek mümkün olsada, bu protez materyali doğal saydamlıktan yoksundur.⁶⁴⁻⁶⁷

PEEK, beyaz renkli ve yüksek dayanımlı olduğu için diş hekimliği HBP’de metal destek ve kroşelerin yapımında alternatif materyal olabilir.⁶⁸ Hazır protez yüzeyinin iyice cilalama ve parlatılması ile pürüzlülüğün 0.2 µm değerini aşmaması gerekmektedir. Bunun üzerindeki değerlerde diş plağının protez yüzeyinde birikmesi kolaylaşır.⁶⁹ PEEK materyalinin iyi cilalanabilirlik, düşük plak tutma, korozyona uğramama, metalik tat ve alerjik reaksiyon oluşturmama gibi üstün özellikleri bilinmektedir.^{25, 64}

Araştırmalar sonucunda, PEEK materyalinin düşük su emme ve çözünürlük özellikleri nedeniyle uzun süreli restorasyonlar için önerilebileceği bildirilmiştir.^{25, 28} PEEK’in renginin diğer protez rezin materyallerine göre daha stabil olduğu gösterilmiştir. PEEK, PMMA ve kompozit rezin yüzeyine uygulanan parlatma yöntemlerinin yüzey pürüzlülüğü ve serbest yüzey enerjisi üzerindeki etkileri laboratuvarında ve klinik ortamda karşılaştırılmıştır. PEEK'te daha düşük yüzey pürüzlülüğü ve serbest yüzey enerjisi elde edilmiştir.^{25, 70} PEEK alt yapıya sahip protezlerin, distal uzantılı HBP’de diş sağlığına fayda sağlayabileceği düşünülmektedir (Şekil 2.6). Materyalin elastikliği tork kuvvetini ve diş üzerindeki stresi azaltabilir.^{25, 70}

1.5 mm kalınlıklı PEEK kroşeler, 1.0 mm kalınlıklı kroşelerden daha yüksek tutuculuk sergilese de, her iki boyuttaki PEEK kroşelerin CrCo bazlı kroşelerden daha düşük tutuculuğa sahip olduğu gösterilmiştir. Bununla birlikte, iyi tasarlanmış PEEK kroşelerin tutuculuğunun klinik ortamda kullanım için yeterli olduğu düşünülmektedir.^{25,}

71

Yüksek performanslı polimer olan PEEK materyali, implant destekli barların yapımında ve HBP’de akrilik dişlere alternatif olarak da kullanılabilir.⁶⁴

CAD/CAM sistemleri ile üretilen SBP ve HBP’de PEEK materyalinin metala göre altyapı olarak frezlerle kısa sürede hazırlanması mümkündür.^{25, 72}



Şekil 2.6. PEEK hareketli bölümlü protez⁷²

2.8.5. PEEK Polimerinin Sabit Bölümlü Protezlerde Kullanımı

Metal destekli seramik, diş hekimliğinde uzun yıllardan beri kullanılmaktadır ve elde edilen sonuçlar başarılı olduklarını göstermiştir. Bununla birlikte, metal alaşımların ışık geçirgenliğinin eksikliği, korozyona uğraması ve alerjiye neden olma potansiyeli olumsuz özelliklerindedir.^{25, 73}



Şekil 2.7. PEEK sabit bölümlü protez⁶

PEEK üç üyeli SBP 1383 N kadar yüksek ortalama kırılma dayanımı gösterir (Şekil 2.7) ve yaklaşık 1200 N'dan başlayarak plastik deformasyona uğrar.^{32, 74} CAD/CAM ile üretilmiş PEEK sabit protezlerinin kırılma direnci, lityum disilikat, Al ve Zr seramikten daha yüksektir.²⁵

PEEK materyalinin biyouyumluluğu metal bazlı seramiklerden yüksektir. Daha kolay tamir edilebilme ve işlenilme sırasında özelliklerinde bozulma görülmemesi, düşük

elastik modülü ve sertliğine rağmen yüksek aşınma direnci sergilemesi, PEEK materyalini metalik alaşımlarla rekabet edebilecek bir materyal haline getirir.^{25, 75} Ancak, yeterince şeffaf olmadığı için kaplanması gerektiği yapılan çalışmalarda belirtilmektedir.^{25, 76}

2.9. PEEK Polimerinin Yüzey İşlemleri

Doldurucusuz PEEK materyali gri halde bulunur. Bazı pigmentler eklenerek rengi ayarlanabilir.⁷⁷ Bu materyal opak olduğundan sabit protezlerde alt yapı materyali olarak kullanıldığında estetik özelliklerini geliştirmek için kompozit kaplama ile kaplanmalıdır.^{2, 37} Kaplama rezinlerin bağlanma dayanımı özelliğini arttırmak için genelde primer sistemleri kullanılmaktadır.^{2, 5, 78} Düşük yüzey enerjisi ve kimyasal olarak inert davranışı nedeniyle, PEEK kor/kaplama rezin ve PEEK kor/primer ara yüzlerinde bağlanma sorunları gösterebilir.^{1-6, 77} Kaplama materyalinin yeterli bağlanma kuvvetini sağlamak için PEEK yüzeyinin kimyasal değişimi gerekir.⁷⁷ PEEK kor/kaplama rezin ara yüzü arasındaki bağlanma kuvveti; kaplama rezinin adezivliği, doldurucu içeriği ve kullanılan primer materyalinin kimyasal bileşiminden etkilenmektedir.⁵

Kaplanmadan önce PEEK'in yüzey değişimleri farklı yöntemlerle araştırılmıştır. Daha yüksek bağlanma kuvvetlerini sağlamak için PEEK yüzeyinde kumlama, asit aşınması, lazer ve plazma uygulamaları gibi çeşitli yüzey modifikasyonları önerilmektedir. Bu uygulamalardan en basiti kumlama'dır.^{5, 74, 79-81}

2.9.1. Alüminyum Oksit ile Kumlama

Alüminyum Oksit (Al_2O_3) ile kumlama, metal ve polimer gibi materyallerin yüzey morfolojisini değiştirmek, ara yüzeyler arasındaki bağlanma dayanımını arttırmak için etkili bir yöntemdir. Kumlama sonucunda yüzey pürüzlülüğü artar, kaplama kompozit ile mikro mekanik bağlanma oluşur.³² Ourahmoune ve ark.⁸² kumlama sonrasında yüzey morfolojisinde oluşan değişikliklerin ıslanabilirliği ve yüzey pürüzlülük parametrelerini

arttırdığını bildirmişlerdir. Ayrıca, kumlamanın fiber takviyeli materyallerde, takviyeli olmayan materyallere göre daha yüksek yüzey pürüzlülüğü oluşturduğu görülmüştür.¹⁸

82

2.9.2. Rocatec Metodu (Silika Kaplama)

Rocatec Metodu kumlama ile yüzeye silika kaplama yöntemidir. Bu yöntem ilk olarak 1984 yılında, ilk laboratuvar cihazı Rocatec sistemi ise 1989 yılında tanıtılmıştır. Bu tip hava aşınmasında silika kaplı alümina (Al_2O_3) partikülleri ($30\mu m$ veya $110\mu m$) kullanılır. Bu parçacıkların, materyal yüzeyini silanla daha fazla reaksiyona sokarak mikromekanik bağlanmayı arttırdığı ve bağlanma dayanımını iyileştirdiği düşünülmüştür. Geleneksel kumlama yöntemi ve silika kaplı aşınma arasında makaslama bağlanma dayanımı açısından çok az fark olduğu bildirilmiştir.⁸³ Çulhaoğlu ve ark.¹ çalışmalarında silika kaplanmış PEEK yüzeyinde; kumlanmış, asitlenmiş veya lazer uygulanmış yüzeylere kıyasla daha fazla ıslanabilirlik sergilenmesine rağmen, bağlanma kuvvetinin daha düşük olduğunu bildirmişlerdir.

2.9.3. Aseton Uygulaması

PEEK'in çözücülere karşı kimyasal direncine rağmen, asetonun PEEK yüzeylerinde ince çatlaklar oluşturması ve bağlanma kuvvetini arttırabileceği bilinmektedir.⁸⁴ Ayrıca, aseton uygulanmasından sonra PMMA protez kaide materyali ile protez onarım materyali arasında bağlanma dayanım değerlerinin yükseldiği görülmüştür.^{1, 85}

2.9.4. Sülfürik Asit Uygulaması

Asit tedavisi, karbon-oksijen bileşiklerinin ortaya çıkmasına yol açar, böylece adeziv sistemlerin bileşenlerinin bağlanabileceği daha işlevsel gruplar sağlar. Bu bağlantı eter ve keton bağlarının hidroliziyle gerçekleşir.²

PEEK'in kimyasal maddelere karşı yüksek direnci nedeniyle, %9.5 hidroflorik asit (HF) yüzey morfolojisini değiştirmek için etkili değildir.¹⁸ Birçok çalışmada, PEEK'in bağlanma dayanımını iyileştirmek için materyal yüzeyini kimyasal ve fiziksel olarak modifiye etmek amacıyla %98 H₂SO₄ kullanılması önerilmiştir.^{2, 74, 79-81} H₂SO₄'in PEEK polimer zincirlerinde oluşturduğu sülfonat (-SO₃) grubun, MMA dental primerle kimyasal çapraz bağlanma gösterdiği bildirilmiştir.^{2, 74, 79-81} Bir başka çalışmada, 60 saniye uygulandıktan sonra yüzeyde kimyasal fonksiyonel gruplar bulunamamıştır, fakat %98 H₂SO₄'in güçlü oksitleyici etkisinden dolayı PEEK'teki gözenekli yüzeye rezin tagların nüfuz etmesi sayesinde oluşan mikromekanik bağlanma doğrulanmıştır. Derin gözenekler, primerin nüfuz etmesini olumsuz yönde etkileyerek, zayıf bağlanma noktaları oluşturur. Bu yüzden, daha düşük konsantrasyonlu H₂SO₄ kullanımı önerilmiştir.⁷

İşlenmemiş PEEK yüzeyleri ve primer arasında yetersiz bağlanma dayanımı görülmüştür.^{5, 86} PEEK'in H₂SO₄ veya piranha solüsyonu ile aşındırılması, bağlanma kuvvetini önemli ölçüde arttırmıştır, ancak bu çalışmalarda örnekler termal yaşlandırma prosedürüne tabi tutulmamıştır.^{86, 87}

2.9.5. Piranha Solüsyonu Uygulaması

Piranha solüsyonu %98 H₂SO₄ ile %30 hidrojen peroksitin (H₂O₂) 10:3 oranında karışımından oluşmuş solüsyondur. Kimyasal adı peroksimonosülfürik asittir (H₂SO₅). Güçlü oksitleyici özelliklere sahiptir ve bu nedenle organik kalıntıların çoğunu çıkarabilir. Piranha solüsyonu, yüzey polaritesini artırır ve aromatik halkaların kırılmasından dolayı bağlanma potansiyeli olan fonksiyonel grup sayısı da artar.^{14, 87} Aynı zamanda mikropürüzlülüğü de artırır. Bazı araştırmalarda, piranha solüsyonu ile PEEK'in aşındırılmasından sonra bağlanma kuvvetinin önemli ölçüde yükseldiği görülmüştür.^{2, 81, 87}

Gösterilen yüksek konsantrasyonlu malzemelerin (sülfürik asit ve piranha solüsyonu) toksik olması, klinik ve laboratuvar ortamlarında kullanılması için risk oluşturur.¹⁸

2.9.6. Lazer Uygulaması

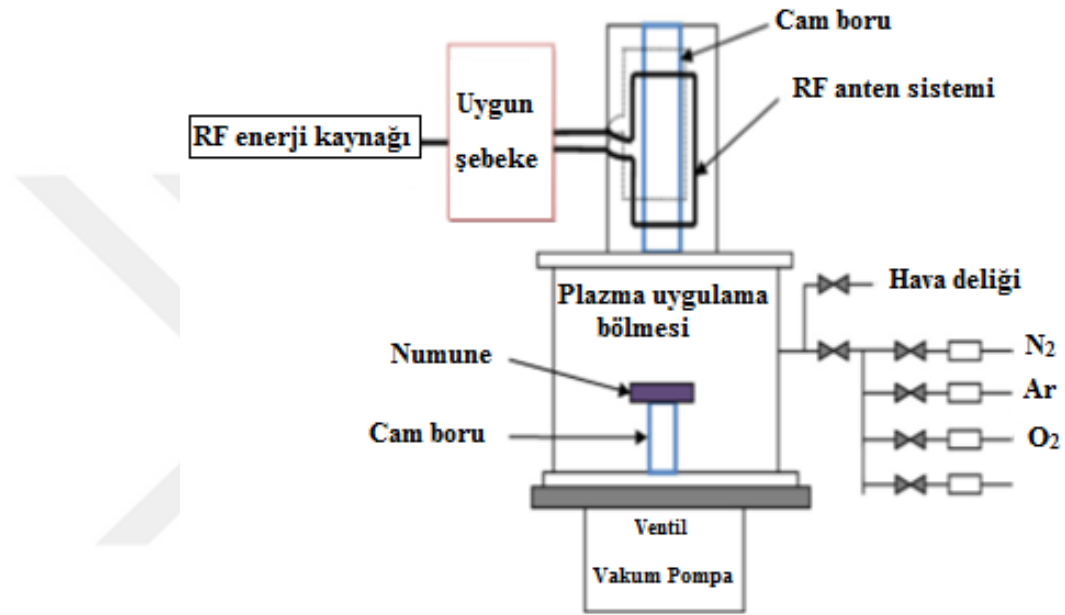
Lazer ışınlanması PEEK'in yüzey işlemi için alternatif bir yöntemdir. PEEK implant uygulamalarında hücre adezyonunu etkilemek, pürüzlülüğü ve ıslanabilirliği arttırmak için çeşitli lazerler kullanılmıştır. Ultraviyole ($\lambda=355\text{nm}$) lazer işleminin ıslanabilirlik açısından faydalı olduğu bulunmuştur.⁸⁸ PEEK'in bağlanma dayanım özelliklerini arttırmak için atımlı excimer lazer ($\lambda=193\text{nm}$) de kullanılmıştır.⁸⁹ Yaklaşık 1 μm 'de çalışan, atımlı iterbiyum lazerler (Yb:PL), düşük ısıtma ve %80 dönüşüm sağlar.⁹⁰

2.9.7. Plazma Uygulaması

Genelde katı bir madde, sabit basınç altında sıcaklığın artırılması ile sıvı hale geçer. Sıcaklık artırdıkça sıvı, gaza dönüşür. Gaz içindeki moleküller yeterince yüksek bir sıcaklıkta serbest hareket eden gaz atomlarını oluşturmak için ayrışır, sıcaklık daha fazla artırırsa gaz atomlarından elektron kopar ve atomlar serbestçe hareket eden yüklü parçacıklara (pozitif iyonlar ve elektronlar) ayrışarak plazma oluşur. Plazma, iyonlaşmış bir gazdır. Pozitif ve negatif yüklü parçacıkları rastgele yönlerde hareket ettirdiğinden plazma elektriksel olarak yüksüzdür.⁹¹

Plazma, PEEK'in ıslanabilirliğini ve rezin esaslı materyallere bağlanmasını artırır, materyal yüzeyinde kimyasal değişikliklere neden olur ve bağlanmayı arttıran serbest radikallerin salınmasını sağlar.⁹² Bu işlemde sonra serbest yüzey enerjisinin değişmesi polimer yüzeyindeki bakteri tutunmasını azaltır.⁹³ İn vitro değerlendirmede plazma gazı ile işlenmiş PEEK implant yüzeylerinin, insan mezenkimal hücre proliferasyonunu ve diferensasyonunu arttırdığı görülmüştür.²²

Plazmayla yüzey modifikasyonu polimer materyallerde yaygın olarak kullanılmaktadır. Nitrojen, oksijen, hidrojen (H₂), amonyak, argon ve helyum (He) gibi gazlar ile (Şekil 2.8) uygulama yapılmaktadır.³⁰ Plazma uygulamasının modifiye edilmiş olan yüzeye uygulanması ile organik kalıntıların temizlenmesi, mikropürüzlendirme yapılması, çapraz bağlantı oluşturulması ve yüzey aktivasyonu sağlanması gerçekleşir.⁹⁴



Şekil 2.8. Plazma cihazının şematik görüntüsü, RF-radyo frekansı⁹⁵

2.10. Bağlanma Dayanımı Ölçüm Yöntemleri

2.10.1. Gerilme (Tensile) Testi

Gerilme testinde, bağlantı bölgesinde kırılma örnek yüzeyine dik olarak 90° açıyla hareket eden bir kuvvet ile uygulanır. Bu testte, örneklerin bağlanması sırasında yanlış yüzey açısından oluşan hatalar dikkate alınması gereken en önemli özelliklerdendir.⁹⁶

Gerilme testinin yanısıra, mikrogerilme testi (microtensile test) de kullanılmaktadır. Bu test, küçültülmüş örneklere uygulanır ve farklı bağlanma alanları için farklı değerlerin elde edildiği doğrulanmıştır.⁹⁷

2.10.2. Makaslama Baęlanma Dayanımı Testi (Shear Test)

Makaslama baęlanma dayanımı testi, gerilme testi ile kıyaslandığında örneklerin hazırlanmasının kolaylığı ve ölçme protokolünün basit olması gibi avantajlarından dolayı sıklıkla kullanılmaktadır. Gerilme testinde ise örneklerin cihaza dizilmesi sırasında zararlı stres oluşturmaktan uygulanması zordur.⁹⁷ Makaslama testinde örnekler, makine üzerinde bulunan özel bir ayarlanabilen tutucu parça kullanılarak sabitlenir. Baęlantı bölgesi, örnek yüzeyine paralel olarak belli bir hızla hareket ederek kuvvet uygulayan uç tarafından kırılır.⁹⁶

Küçük boyutlu örnekleri kullanan “microbond” veya “microshear” baęlanma kuvveti testi daha yenidir. Farklı örneklerin bölgesel haritalanmasına ve derinlik profilinin ölçülmesine izin vererek aynı kesitte birden fazla örnek hazırlanmasına olanak sağlar.⁹⁷

2.11. Yüzey Analiz Yöntemleri

2.11.1. Profilometre Analizi

Profilometre Analizi, mekanik ve optik profilometre cihazıyla yüzey pürüzlülüęünün ölçüm yöntemidir. Mekanik profilometre dokunsal bir tarayıcı kullanılarak yapılan iki boyutlu bir yöntemdir. Sensör, yükseklik deęişimlerini ölçerek rakamlarla kaydeder. Optik profilometre ise, mekanik temas olmadan optik ışınla ölçüm cihazından ibaret üç boyutlu analiz yöntemidir.⁹⁸

2.11.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (Scanning Electron Microscope- SEM)

Taramalı Elektron mikroskobu (SEM), Elektron Mikroproba (EMP) benzer, ancak analiz yapmak yerine öncelikle görüntüleme için tasarlanmıştır. Örnek yüzeyine yönelen elektron destesi ile etkileşim sonucu saçılan yüzey elektronları dedektörle sinyale çevrilir.

Televizyon ekranında veya bilgisayar monitöründe görüntülenir. Uygun algılama modunun seçilmesi ile topografik veya kompozisyon kontrastı elde edilir.⁹⁹

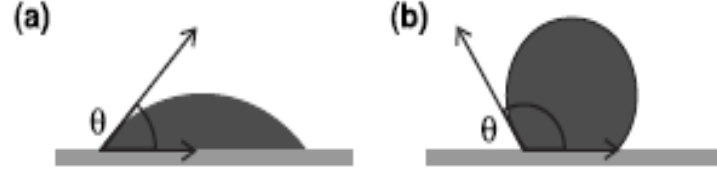
SEM, aşındırılma işlemi sonrası dental seramiklerin morfolojisini ve mikroyapısal değişimlerini değerlendirmek için kullanılmıştır. Dental seramikler yalıtkan materyal olduğundan, standart SEM aracılığı ile örnek materyallerin analizine izin vermek için iletken kaplamalar uygulanmalıdır.¹⁰⁰

2.11.3. Atomik Kuvvet Mikroskobu (Atomik Force Microscope-AFM)

Son yıllarda dental materyallerin araştırma alanında kullanılmış atomik kuvvet mikroskop (AFM) yöntemi, nanometre çözünürlüğünde yüzey pürüzlülüğünün üç boyutlu ayrıntılı topografik görüntülerini sağlama yeteneğine sahiptir.¹⁰¹ AFM esnek bir maniveladan ve (yüzeyi taramak için kullanılan) buna bağlı sivri bir uçtan oluşur. Uç, örnek yüzeyine yakın bir mesafeye getirilince uç ile yüzey arasındaki kuvvetler manivelanın bükülmesine yol açar. AFM'de ölçülen kuvvetler Van der Waals kuvveti, kimyasal bağ, elektrostatik kuvveti vb. olabilir. Genellikle maniveladaki bükülme, manivelanın bir ucundan dedektöre (bir dizi fotodiyot) yansıtılan bir lazer ışını sayesinde ölçülür.¹⁰¹

2.11.4. Temas açısı

Yüzey ıslanabilirliğini değerlendirmek için, damla yüzeyi ile sert yüzey arasındaki açı (temas açısı) yıllardır kullanılmaktadır. Hidrofilik yüzeyler 90°'den daha küçük temas açılara (Şekil 2.9 a), hidrofobik yüzeyler ise 90°'den daha büyük temas açılara sahiptir (Şekil 2.9 b). Wenzel kuramına göre yüzey pürüzlülüğünün artması, hidrofilik bir yüzeydeki damlanın temas açısını azaltır, ancak hidrofobik yüzeydeki damlanın temas açısını arttırmaktadır.¹⁰²



Şekil 2.9. Sıvı damlası ve sert yüzey arasındaki temas açısı; (a) hidrofilik yüzeylerde ve (b) hidrofobik yüzeylerde¹⁰²



3. MATERYAL VE METOT

Bu tez çalışması, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi, Plazma Fiziği Laboratuvarı, Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı Protez Laboratuvarı ve Orta Doğu Teknik Üniversitesi Merkezi Laboratuvarın Elektrik, Manyetik ve Optik Özellikler Ölçüm Laboratuvarı'nda gerçekleştirilmiştir. Çalışma, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Rektörlüğü, Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu tarafından 2018-2373 numaralı proje ile desteklenmiştir.

PEEK materyaline plazma yüzey işlemi uygulanarak rezin kompozit ile bağlanma dayanımına etkilerinin incelendiği bu çalışma aşağıdaki aşamalarda gerçekleştirilmiştir:

- PEEK örneklerinin hazırlanması
- PEEK örneklerin akrilik rezine gömülmesi
- PEEK örnek yüzeylerinin standardizasyonu
- PEEK örneklere farklı plazma yüzey işlemleri uygulanması
- Yüzey işlemi uygulanmış PEEK örneklerin Taramalı Elektron

Mikroskobu (SEM) ile incelenmesi

- Yüzey işlemi uygulanmış PEEK örneklerin Atomik Kuvvet Mikroskobu

(AFM) ile incelenmesi

- Yüzey işlemi uygulanmış PEEK örneklerin yüzeyinde farklı sıvılarla

temas açısının ölçülmesi

- PEEK örneklerin yüzeyine rezin kompozit uygulanması
- Shear (makaslama) testinin yapılması
- Elde edilen verilerin istatistiksel analizi

Çalışmamızda kullanılan materyaller Tablo 3.1'de, kullanılan cihazlar ise Tablo 3.2'de gösterilmiştir.

Tablo 3.1. Çalışma için kullanılan materyaller, materyallerin üretici firma ve içeriği

Materyal	Üretici Firma	Kimyasal Kompozisyon	Lot No
PEEK-Blok (CopraPeek light) 98 mm ×10 mm	Whitepeaks GmbH, Lange Heide, Essen, Almanya		E 10002
Primer materyali (Visio. link)	Bredent GmbH & Co KG, Senden, Almanya	Metil metakrilat (MMA), Penta eritriol tri akrilat (PETİA), ışık aktivatörü	171936
Otopolimerizan akrilik rezin (İntegra)	Birleşik Grup Dental (BGD), Türkiye	%95 Metilmetakrilat (MMA), %5 Etilen glükol dimetilakrilat (EGDMA)	170517
Kompozit veneer materyali (G-aenial Posterior A3)	GC Dental Products Corp, Japonya	Metakrilat Monomer, Silika, Strontiyum ve Lantanoid florid pre- polimerize fillerler	180904A
Diiodometan	Merck, Merck KGaA, Almanya	CH ₂ I ₂	S3898453 330
Etilen glükol	Emsure, Merck KGaA, Almanya	C ₂ H ₆ O ₂	K42496821 128
Formamid	Emplura, Merck KGaA, Almanya	CH ₃ NO	K43521808 224

Tablo 3.2. Çalışmada kullanılan cihazlar ve üretici firmaları

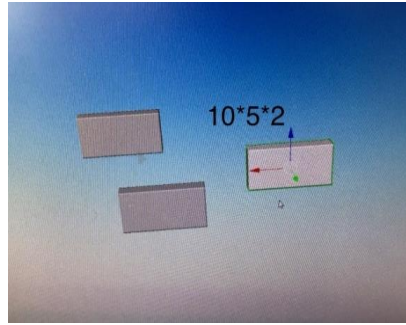
CİHAZLAR	ÜRETİCİ FİRMA
AFM	Veeco/ Multimode V, Amerika
SEM	Hitachi Regulus 8230 FE-SEM, Japonya
RF sıçratma sistemi güç kaynağı	Dressler, Cesar 136, Amerika
RF sıçratma sistemi vakum odası	Türkiye
Altın kaplama cihazı	Leica EM ACE600,Almanya
Temas açısı ölçme cihazı	Attension Theta Lite Tensiometer, Türkiye
Hassas kesme cihazı	D15S-Yenadent, Türkiye
Polisaj cihazı	Meta Serv 250 Buehler, Türkiye
Polimerizasyon cihazı, Planmeca Ünitesi	Helsinki, Finlandiya
Bağlanma Dayanımı Universal Test Cihazı	Mod Dental, Türkiye
Mikropipet	Hamilton Company, Amerika
Teflon kalıp	Ultradent Products Inc, Amerika

3.1. PEEK Örneklerin Hazırlanması

Bu çalışmada PEEK örnekleri doldurucusuz PEEK bloklarından (CopraPeek light PEEK-Blank, Whitepeaks, Almanya) elde edildi (Şekil.3.1). Bilgisayarda 10 mm×5 mm×2 mm boyutlarında örnek tasarlandı (Şekil 3.2). 1 adet 98 mm×10 mm çapında PEEK bloğundan (D15S-Yenadent, Türkiye) frez cihazı kullanılarak (Şekil 3.3), 130 adet 10 mm×5 mm×2 mm boyutlarında dikdörtgenler prizması şeklinde örnek hazırlandı (Şekil 3.4, 3.5). Her gruptan bir örnek 5 adet SEM analizi ve 5 adet AFM analizi için, 20 adet örnek ise temas açısı için ayrıldı. Örneklerin son boyutu 10 ± 0.4 mm× 5 ± 0.4 mm× 2 ± 0.3 mm olarak ölçüldü. Örneklerin kenarlarındaki pürüzler düzeltildi.



Şekil 3.1. CopraPeek light PEEK bloğu



Şekil 3.2. PEEK örneklerin bilgisayarda tasarımı



Şekil 3.3. D15S-Yenadent frez cihazı ve frezleri



Şekil 3.4. PEEK örneklerin Yenadent frez cihazı ile hazırlanması



Şekil 3.5. Yenadent frez cihazı ile hazırlanmış 10 mm×5 mm×2 mm boyutlarında PEEK örnek

3.2. PEEK Örneklerin Akrilik Rezine Gömülmesi

Tesviye, yüzey işlemlerinin ve makaslama testlerinin rahat ve standart bir şekilde yapılabilmesi için her 10 mm×5 mm×2 mm boyutlarında (Şekil 3.5) PEEK örnek sadece işlem yapılacak yüzeyi açıkta kalacak şekilde 2 cm boyutlarında kesilmiş plastik kalıplara otopolimerize akrilik rezin ile (İntegra, Türkiye) gömüldü (Şekil 3.6). Akrilik rezin kalıpların boyutları makaslama testinin yapılacağı universal test cihazının (Mod Dental, Türkiye) tutucu bölmesi ile uyumlu olacak şekilde ayarlandı (Şekil 3.7).



Şekil 3.6. Otopolimerize akrilik rezin (İntegra, Türkiye)



Şekil 3.7. PEEK örneklerin otopolimerize akrilik rezine gömülmesi

3.3. PEEK Örnek Yüzeylerinin Standardizasyonu

PEEK örneklere yüzey işlemi uygulanmadan önce pürüzsüz yüzey elde etmek amacıyla aşındırma ve polisaj cihazında (Meta Serv 250 Buehler, Türkiye) her örneğe sırasıyla 800 grit, 1000 grit, 1200 grit ve 1500 grit silikon karbid zımparalarla su spreyi

altında 30 sn tesviye yapıldı (Şekil 3.8). Tesviye yapılan örnekler distile suda 15 dk beklendikten sonra hava spreyi ile kurutularak yüzey işlemleri uygulanmak için hazır hale getirildi (Şekil 3.9).



Şekil 3.8. Meta Serv 250 Buehler aşındırma ve polisaj cihazı



Şekil 3.9. Tesviye yapılmış PEEK örnekler

3.4. PEEK Örnekler Yüzey İşlemlerinin Uygulanması

Plazma yüzey işlemleri Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Plazma Fiziği Laboratuvarı'nda bulunan düşük basınçlı radyo frekans (RF) magnetron sıçratma plazma sistemi (Dressler, Cesar 136, Amerika) kullanılarak (Şekil 3.10) Ar, Ar/O₂, Ar/N₂, Ar/O₂/N₂ gazı ile plazma uygulaması yapılmıştır (Şekil 3.11). Çalışmalar 13.56 MHz RF güç kaynağı ile gerçekleştirildi. Her grupta 6×10^{-1} torr vakum odası basıncı kullanıldı. Plazma işlemi her bir örnek yüzeyine 35 dk boyunca uygulandı.

Yüzeyleri pürüzsüzleştirilmiş ve düzleştirilmiş PEEK örnekler her grupta 20 örnek olacak şekilde 5 gruba ayrıldı (n=20/grup).

Grup ArP: Argon plazma

Grup ArOP: Argon ve Oksijen plazma karışımı

Grup ArNP: Argon ve Nitrojen plazma karışımı

Grup ArONP: Argon, Oksijen ve Nitrojen plazma karışımı

Grup C: Kontrol grubu

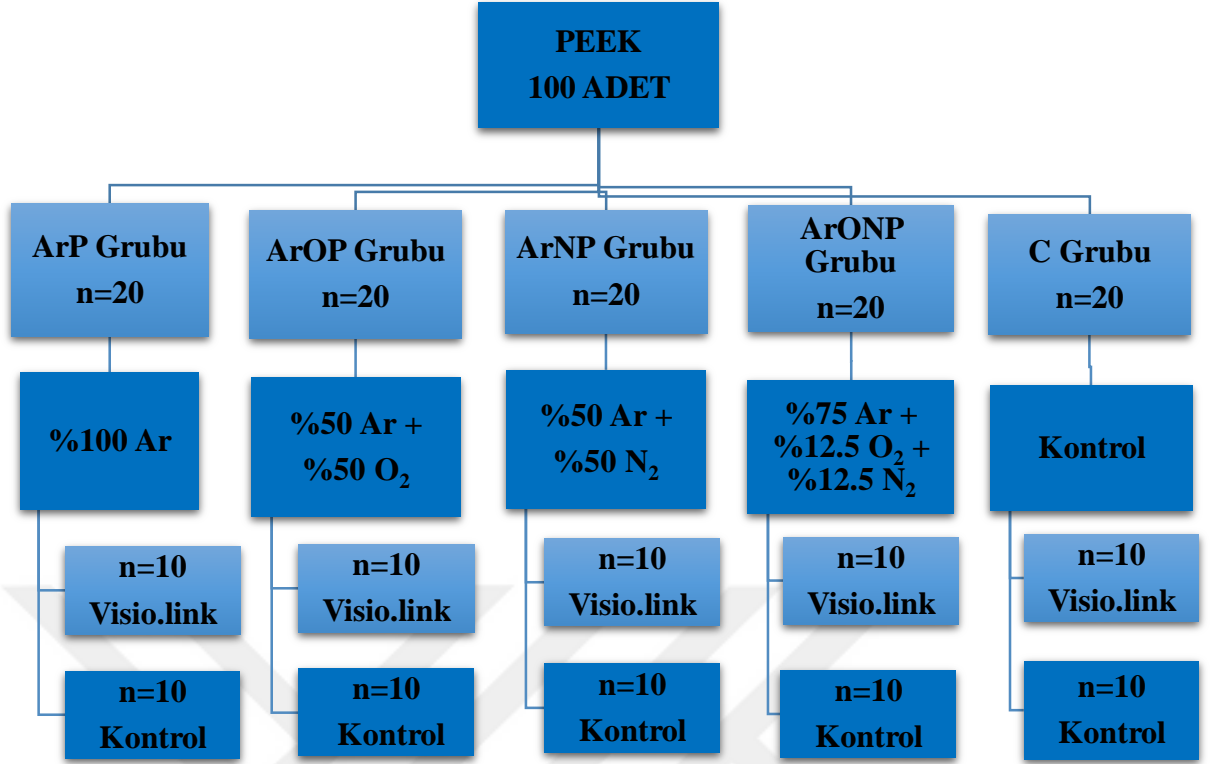
Bu çalışma için oluşturulan grupların şematik görünümü Şekil 3.12’de gösterilmiştir.



Şekil 3.10. RF sıçratma sistemi vakum odası, plazma uygulanması



Şekil 3.11. Plazma gazları



Şekil 3.12. Çalışmada oluşturulan grupların şematik görüntüsü

3.4.1. Grup ArP: Argon Plazma

Bu gruptaki örnekler düşük basınçlı radyo frekans magnetron sıçratma plazma sistemi (Dressler, Cesar 136, Amerika) kullanılarak 35 dk süreyle %100 Argon plazması, 13.56 MHz ve 20 watt (W) RF gücünde, vakum odası 6×10^{-2} torr basınçta, 6 sccm akış hızında uygulandı.

3.4.2. Grup ArOP: Argon ve Oksijen Plazma Karışımı

Bu gruptaki örnekler düşük basınçlı radyo frekans magnetron sıçratma plazma sistemi (Dressler, Cesar 136, Amerika) kullanılarak 35 dk süreyle %50 Argon+%50 Oksijen plazma karışımı, 13.56 MHz ve 20 W RF gücünde, vakum odası 6×10^{-2} torr basınçta, 6 sccm akış hızında uygulandı.

3.4.3. Grup ArNP: Argon ve Nitrojen Plazma Karışımı

Bu gruptaki örneklere düşük basınçlı radyo frekans magnetron sıçratma plazma sistemi (Dressler, Cesar 136, Amerika) kullanılarak 35 dk süreyle %50 Argon+%50 Nitrojen plazma karışımı, 13.56 MHz ve 20 W RF gücünde, vakum odası 6×10^{-2} torr basınçta, 6 sccm akış hızında uygulandı.

3.4.4. Grup ArONP: Argon, Oksijen ve Nitrojen Plazma Karışımı

Bu gruptaki örneklere düşük basınçlı radyo frekans magnetron sıçratma plazma sistemi (Dressler, Cesar 136, Amerika) kullanılarak 35 dk süreyle %75 Argon+%12.5 Oksijen+%12.5 Nitrojen plazma gaz karışımı, 13.56 MHz ve 20 W RF gücünde, 6×10^{-2} torr basınçta, 6 sccm akış hızında uygulandı.

3.4.5. Grup C: Kontrol Grubu

Bu grupta PEEK örneklerin bağlantı sağlanacak yüzeylerine herhangi bir yüzey işlem uygulaması yapılmadı. PEEK örnekler üzerine uygulanan Plazma yüzey işlemlerinin çalışma parametreleri Tablo 3.3'te gösterilmiştir.

Tablo 3.3. Plazma çalışma parametreleri

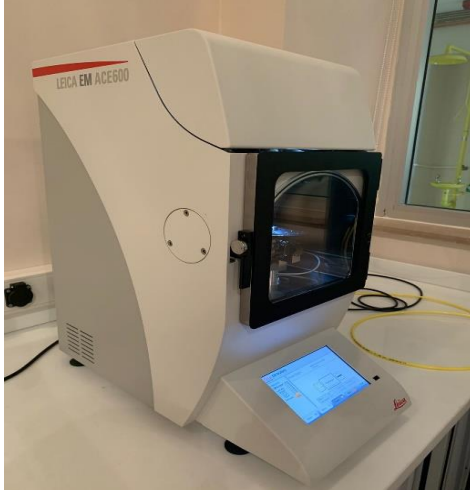
Gruplar	Plazma	Basınç	Akış Hızı	Süre	Güç
ArP	%100 Ar	6×10^{-2} torr	6 sccm	35 dk	20 W
ArOP	%50Ar+ %50 O ₂	6×10^{-2} torr	6 sccm	35 dk	20 W
ArNP	%50 Ar+ %50 N ₂	6×10^{-1} torr	6 sccm	35 dk	20 W
ArONP	%75 Ar+%12.5 O ₂ +%12.5 N ₂	6×10^{-2} torr	6 sccm	35 dk	20 W
C	Kontrol	-	-	-	-

3.5. Yüzey İşlemi Uygulanan PEEK Örneklerin SEM’de İncelenmesi

PEEK örneklere plazma yüzey işlemleri uygulandıktan sonra ayırdığımız 5 adet örnek (her gruptan bir tane) SEM görüntüsü almak için belirlendi. SEM analizi Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı Uygulama ve Araştırma Merkezi’nde SEM cihazı (Hitachi Regulus 8230 FE-SEM, Japonya) ile yapılmıştır (Şekil 3.13). Analiz öncesi PEEK yüzeyleri altın kaplama cihazı (Leica EM ACE600, Almanya) kullanılarak 120 sn altın-paladyum ile kaplanmıştır (Şekil 3.14). Ardından SEM cihazında örneklere ait $\times 500$, $\times 1000$, $\times 2000$, $\times 5000$, $\times 10000$, $\times 20000$ büyütmelerdeki görüntüler kaydedilmiştir.



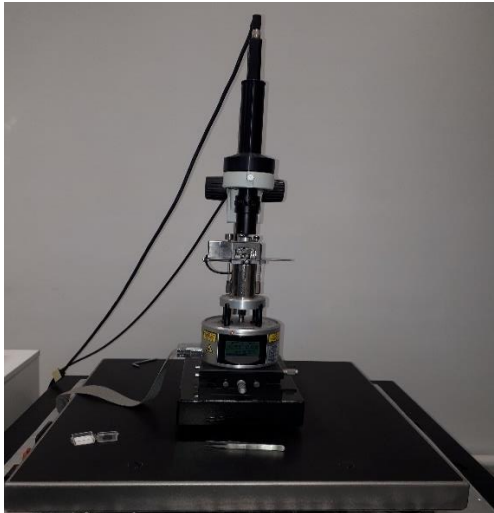
Şekil 3.13. Hitachi Regulus 8230 FE- Taramalı Elektron mikroskobu (SEM)



Şekil 3.14. Altın kaplama cihazı Leica EM ACE600, Altın-paladyum kaplanmış PEEK örnek

3.6. Yüzeş İşlemi Uygulanan PEEK Örneklerin AFM’de İncelenmesi

PEEK örneklere plazma yüzeş işlemleri uygulandıktan sonra ayırdığımız 5 adet örnek (her gruptan bir tane) AFM görüntüsü almak için belirlendi. AFM analizi Orta Doęu Teknik Üniversitesi Merkezi Laboratuvarın Elektrik, Manyetik ve Optik Özellikler Ölçüm Laboratuvarı’nda bulunan Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM-Veeco/Multimode V, Amerika) ile gerçekleştirildi (Şekil 3.15).



Şekil 3.15. Veeco/Multimode V, Atomik Kuvvet Mikroskobu (AFM)

3.7. Temas Açısı Ölçümü

Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Plazma Fiziği Laboratuvarı'nda bulunan temas açısı ölçüm cihazı (Attension Theta Lite Tensiometer, Amerika) kullanılarak “sessile drop” tekniği ile örneklerin temas açısı ölçümleri yapılmıştır (Şekil 3.16). Temas açısı ölçümünün yapılması için 20 adet PEEK örnek ayrıldı. Her örnek ayrı ayrı hareketli tablanın üzerine yerleştirildi ve örneğin üzerine mikropipet ile dört farklı sıvı (diiodometan, etilen glikol, formamid ve su) damlatıldı. Örnek üzerine damlatılan farklı sıvı damlalarının görüntüsü cihazın dijital kamerası (charge coupled device CCD) ile kaydedildi. Damlanın görüntüsü bilgisayara aktarılarak bilgisayar ekranında izlendi. Görüntülemenin ardından bilgisayar ortamında temas açısı verileri hesaplandı.



Şekil 3.16. Attension Theta Lite Tensiometer temas açısı ölçümü cihazı

3.8. PEEK Örnekler Primer Uygulanması

PEEK örnek grupları (n=20) iki alt gruba ayrıldı. Grupların yarısına (n=10) Visio.link uygulandı diğer yarısı (n=10) kontrol olarak bırakıldı. Visio.link (Bredent GmbH & Co KG, Senden, Almanya) PEEK örneklerin üzerine tek kullanımlık bir fırça yardımıyla üretici firmanın talimatlarına uygun olarak 5 sn süreyle uygulandı (Şekil 3.17). Visio.link primeri uygulanan örnekler hava ile kurutulduktan sonra, 220 mw/cm² lik bir ışık yoğunluğunda ve dalga boyu aralığı 370-400 nm olan polimerizasyon

cihazı (Planmeca Ünitesi, Helsinki, Finlandiya) ile 30 sn boyunca polimerize edildi (Şekil 3.18).



Şekil 3.17. Visio.link primerin görüntüsü



Şekil 3.18. Polimerizasyon cihazı Planmeca Ünitesi

3.9. PEEK Örneklerinin Yüzeyine Rezin Kompozit Uygulanması

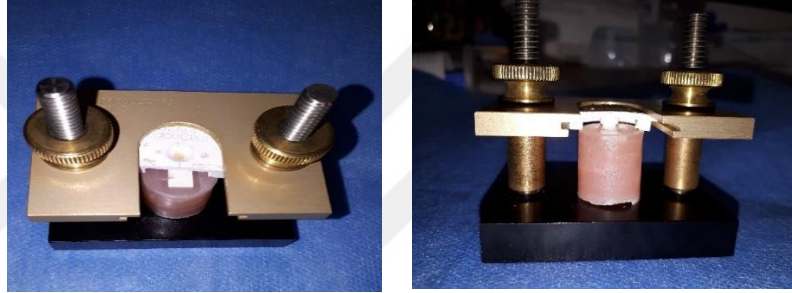
PEEK örneklere Visio.link (Bredent GmbH & Co KG, Senden, Almanya) primeri uygulandıktan sonra, silindirik şekilde 2 mm çap, 3 mm yükseklikte teflon kalıp (Ultradent Products Inc, Amerika) yardımıyla tüm örneklere kompozit kaplama materyali (G-aenial Posterior A3, Dental Products Corp, Japonya) uygulandı (Şekil 3.19).

Kalıp PEEK örnek yüzeyine yerleştirildi, rezin kompozit kalıba tepildi (Şekil 3.20) ve polimerizasyon cihazı (Planmeca Ünitesi, Helsinki, Finlandiya) kullanarak 20 sn

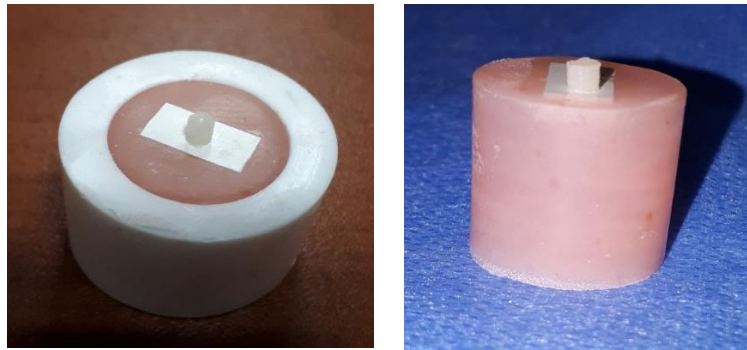
boyunca polimerize edildi. Kalıp, kompozit materyalini PEEK örneklerin merkezine bağladı ve ara yüzeyden taşması engellendi (Şekil 3.21).



Şekil 3.19. Kompozit kaplama materyali G-aenial Posterior A3



Şekil 3.20. Ultradent kompozit tepim kalıbına kompozitin tepilmesi



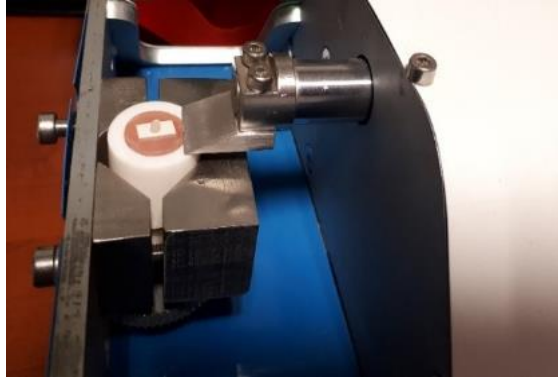
Şekil 3.21. Kompozit tepilmiş PEEK örnek

3.10. Baęlanma Dayanımı Ölçümü

Baęlanma dayanımı ölçümü universal test cihazı (Mod Dental, Türkiye) ile gerekleřtirildi (řekil 3.22). Örnekler tutucuya sabitlendikten sonra cihazın bıak sırtı řeklindeki ucu PEEK yüzeyine paralel olacak řekilde 0.5 mm/dk. hızla 500 N kuvvet uygulandı (řekil 3.23). Kompozitin PEEK'ten kopmasını saęlayan kuvvetler Newton (N) cinsinden kaydedildi (řekil 3.24). N olarak elde edilen makaslama baęlanma dayanım deęeri, elde edilen kuvvetin baęlantı alanına bölünmesi ile MPa olarak kaydedildi.



řekil 3.22. Mod Dental Baęlanma dayanımı ölçümü için universal test cihazı



řekil 3.23. PEEK yüzeyine paralel olacak řekilde kuvvet uygulanması



Şekil 3.24. PEEK örneklerin bağlanma dayanımı ölçümü

3.11. Elde Edilen Sonuçların İstatistiksel Analizi

İstatistiksel Analizlerin uygulanmasında IBM SPSS Statistics 21.0 (IBM Corp. Released 2012. IBM SPSS Statistics for Windows, Version 21.0. Armonk, NY: IBM Corp.) programından yararlanılmıştır.

Sürekli veriler Ortalama \pm Standart Sapma ve Medyan (Q1-Q3) olarak verilmiştir. Kategorik veriler ise frekans ve yüzde (%) olarak verilmiştir.

Verilerin normal dağılıma uygunluğunun araştırılmasında Shapiro Wilk testinden yararlanılmıştır. Her bir grup içinde Visio.link uygulanan ve uygulanmayan alt grupların, gruplar arasında ise Visio.link uygulanmayan alt grupların bağlanma dayanımı ortalamalarının karşılaştırılmasında İki Yönlü Varyans Analizi kullanıldı. Bonferroni Çoklu Karşılaştırılma testi ile Visio.link uygulanmış alt grupların gruplar arasındaki istatistiksel karşılaştırılması gerçekleştirildi. İstatistiksel olarak $p < 0.05$ değeri anlamlı kabul edildi.

4. BULGULAR

4.1. Baęlanma Dayanımı Ölçüm Sonuçları ve İstatistik Analiz Bulguları

PEEK örnekler için elde edilen baęlanma dayanımı ölçüm sonuçları Tablo 4.1-4.3 ve Şekil 4.1’de gösterilmiştir.

Tablo 4.1. Baęlanma Dayanımı ölçüm sonuçları (MPa)

Gruplar	Baęlanma Dayanımı (MPa)									
ArP-Visio.link	11.3	13.4	12.3	12.7	11.3	13.4	13.3	14.8	24.9	11.2
ArP	2.8	2.4	2.3	2.3	3.1	2.4	2.6	2.6	3.0	2.9
ArOP-Visio.link	7.3	5.2	7.6	5.4	7.7	9.9	4.8	5.9	8.7	7.4
ArOP	2.6	2.9	2.7	2.9	2.7	2.9	3.2	4.1	2.9	3.0
ArNP-Visio.link	16.5	10.7	9.2	8.4	8.6	8.1	11.2	17.2	16.5	9.1
ArNP	2.9	3.0	2.8	3.4	2.8	2.5	2.8	2.1	2.7	2.6
ArONP-Visio.link	15.1	9.7	16.3	10.8	13.2	15.2	19.7	12.1	12.3	11.6
ArONP	2.6	2.4	3.1	2.6	2.7	3.4	2.7	2.5	3.2	2.8
C-Visio.link	9.5	6.6	7.5	11.8	9.1	8.5	8.0	11.1	8.2	9.2
C-Kontrol	1.8	1.08	1.01	1.05	1.05	1.11	1.05	0.89	1.18	1.08

Tablo 4.2. Bağlanma Dayanımı medyan değerleri, maksimum ve minimum değerler (MPa)

Grup	Yüzey işlemlerinde Bağlanma Dayanımı, MPa	
	Ortalama±Standart Sapma	Medyan (Q1-Q3) (Min-Max)
	Kontrol alt grupları	Visio.link alt grupları
ArP	2.64±0.29	13.86±4.04
	2.60 (2.37-2.92)	13.00 (11.30-13.75)
	(2.30-3.10)	(11.20-24.90)
ArOP	2.99±0.42	6.99±1.64
	2.90 (2.70-3.05)	7.35 (5.35-7.95)
	(2.60-4.10)	(4.80-9.90)
ArNP	2.76±0.33	11.55±3.70
	2.80 (2.57-2.92)	9.95 (8.55-16.50)
	(2.10-3.40)	(9.70-19.70)
ArONP	2.80±0.32	13.60±2.99
	2.70 (2.57-3.12)	12.75 (11.40-15.47)
	(2.40-3.40)	(9.70-19.70)
C-Kontrol	1.13±0.27	8.95±1.57
	1.06 (1.04-1.12)	8.80 (7.87-9.90)
	(0.89-1.80)	(6.60-11.80)

Standart sapmaların sayı değeri olarak küçük olması veride aykırı değer olmadığını göstermektedir. Medyan (Q1-Q3) 10 adet değer in küçükten büyüye doğru sıraladığımızda tam ortadaki değerdir.

Q1 değeri 25'lik çeyrek 10 adet örneğin %25'ni gösterir. Q3 ise %75'lik çeyrek 10 adedin %75'ni gösterir. ArP grubunun Visio.link uygulanmış alt grubunda Q1 değeri çalışmadaki 10 adedin %25'i bağlanma dayanımı değeri 11.30 MPa'nın altında, Q3 değeri çalışmamızda 10 adedin %75'i bağlanma dayanımı değeri 13.75 MPa'nın altında bulunmuştur.

Çalışmadaki gruplarda bağlanma dayanım ortalamaları;

ArP grubunun kontrol alt grubunda (n=10) bağlanma dayanımı ortalaması 2.64 MPa, Visio.link uygulanmış alt grubunda (n=10) 13.86 MPa;

ArOP grubunun kontrol alt grubunda (n=10) bağlanma dayanımı ortalaması 2.99 MPa, Visio.link uygulanmış alt grubunda (n=10) 6.99 MPa;

ArNP grubunun kontrol alt grubunda (n=10) bağlanma dayanımı ortalaması 2.76 MPa, Visio.link uygulanmış alt grubunda (n=10) 11.55 MPa;

ArONP grubunun kontrol alt grubunda (n=10) bağlanma dayanımı ortalaması 2.80 MPa, Visio.link uygulanmış alt grubunda (n=10) 13.60 MPa;

C grubunun kontrol alt grubunda (n=10) bağlanma dayanımı ortalaması 1.13 MPa, Visio.link uygulanmış alt grubunda (n=10) 8.95 MPa olarak belirlenmiştir.

Tablo 4.3. Gruplarda bağlanma dayanımı değerlerinin karşılaştırılması

Grup	Yüzey işlemlerinde Bağlanma Dayanımı, MPa		p*
	Ortalama±Standart Sapma		
	Medyan (Q1–Q3)		
	Kontrol alt grupları	Visio.link alt grupları	
ArP	2.64±0.29 ^A	13.86±4.04 ^C	(4.35×e ⁻¹⁰)
ArOP	2.99±0.42 ^A	6.99±1.64 ^B	(0.002)
ArNP	2.76±0.33 ^A	11.55±3.70 ^C	(4.35×e ⁻¹⁰)
ArONP	2.80±0.32 ^A	13.60±2.99 ^C	(4.35×e ⁻¹⁰)
C-Kontrol	1.13±0.24 ^A	8.95±1.57 ^B	(4.88×e ⁻¹⁰)
Çoklu Karşılaştırma	ArP-ArOP: 1.00	ArP-ArOP: (6.46×e⁻⁹)	(2.33×e⁻⁶)
p**	ArP-ArNP: 1.00	ArP-ArNP: 0.31	
	ArP-ArONP: 1.00	ArP-ArONP: 1.00	
	ArP-C: 0.84	ArP-C: (5.58×e⁻⁵)	
	ArOP-ArNP: 1.00	ArOP-ArNP: (2.44×e⁻⁴)	
	ArOP-ArONP: 1.00	ArOP-ArONP: (2.19×e⁻⁸)	
	ArOP-C: 0.62	ArOP-C: 0.55	
	ArNP-ArONP: 1.00	ArNP-ArONP: 0.48	
	ArNP-C: 0.78	ArNP-C: 0.17	
	ArNOP-C: 0.75	ArONP-C: (1.68×e⁻⁴)	

* - İki Yönlü Varyans Analizi

** - Bonferroni Çoklu Karşılaştırma Testi

Koyu yazı-p<0.05 istatistiksel anlamlı

^{A, B, C} üst simgeler gruplar arasındaki farklılığı göstermektedir

İki Yönlü Varyans Analizi sonucunda bağlanma dayanım ortalamalarına göre tüm gruplar kendi içlerinde karşılaştırıldıklarında, Visio.link uygulanmamış (Kontrol) ile

Visio.link uygulanmış alt gruplarda istatistiksel olarak anlamlı farklılık tespit edilmiştir (Tablo 4.3).

- ArP grubunun Kontrol ve Visio.link uygulanmış alt gruplarında istatistiksel olarak anlamlı farklılık görüldü ($p=4.35 \times e^{-10}$). ($p<0.001$)
- ArOP grubunun Kontrol ve Visio.link uygulanmış alt gruplarında istatistiksel olarak anlamlı farklılık görüldü. ($p=0.002$)
- ArNP grubunun Kontrol ve Visio.link uygulanmış alt gruplarında istatistiksel olarak anlamlı farklılık görüldü ($p=4.35 \times e^{-10}$). ($p<0.001$)
- ArONP grubunun Kontrol ve Visio.link uygulanmış alt gruplarında istatistiksel olarak anlamlı farklılık görüldü ($p=4.35 \times e^{-10}$). ($p<0.001$)
- C grubunun Kontrol ve Visio.link alt gruplarında istatistiksel olarak anlamlı farklılık görüldü ($p=4.88 \times e^{-10}$). ($p<0.001$)

Gruplar arası karşılaştırmalar sonucunda Visio.link uygulanmamış (Kontrol) alt grupların arasında bağlanma dayanım değerleri bakımından istatistiksel olarak farklılık bulunmamaktadır (Tablo 4.3) ($p>0.05$).

Yapılan çoklu karşılaştırmada Visio.link uygulanmış alt grupların bazılarında bağlanma dayanım değerlerinde istatistiksel olarak anlamlı farklılık bulunmuştur. ArP-ArOP ($p=6.46 \times e^{-9}$); ArP-C ($p=5.58 \times e^{-5}$); ArOP-ArNP ($p=2.44 \times e^{-4}$); ArOP-ArONP ($p=2.19 \times e^{-8}$) ve ArONP-C ($p=1.68 \times e^{-4}$) olduğu bulunmuştur:

- ArP grubunun Visio.link uygulanmış alt grubu (13.86 MPa) tüm kontrol alt gruplarından, ArOP grubun Visio.link uygulanmış alt grubundan (6.99 MPa) ve Visio.link uygulanmış C-Kontrol grubundan (8.95 MPa) istatistiksel olarak farklıdır ve en yüksek bağlanma dayanım değerine sahiptir.

- ArP grubunun Visio.link uygulanmış alt grubu (13.86 MPa), ArNP grubunun (11.55 MPa) ve ArONP grubunun Visio.link uygulanmış alt gruplarından (13.60 MPa) istatistiksel olarak anlamlı bir farkı yoktur.

- ArOP Visio.link alt grupları (6.99 ± 1.64 MPa), Visio.link C-Kontrol alt grubundan (8.95 ± 1.57 MPa) daha düşük bağlanma dayanım değerleri gösterdi ancak ArOP Visio.link alt grubu ile C-Kontrol Visio.link alt grubu arasında istatistiksel olarak fark bulunmadı.

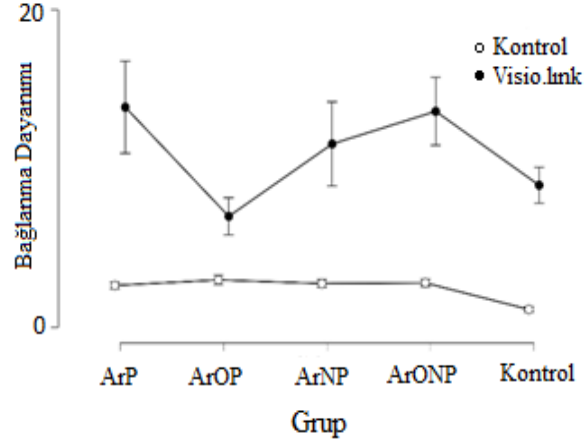
- ArP grubunun bağlanma dayanım değeri, C-Kontrol grubuna göre istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksek bulundu ($p=5.58 \times 10^{-5}$).

- ArOP grubunun bağlanma dayanım değeri, ArNP grubuna göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu ($p=2.44 \times 10^{-4}$).

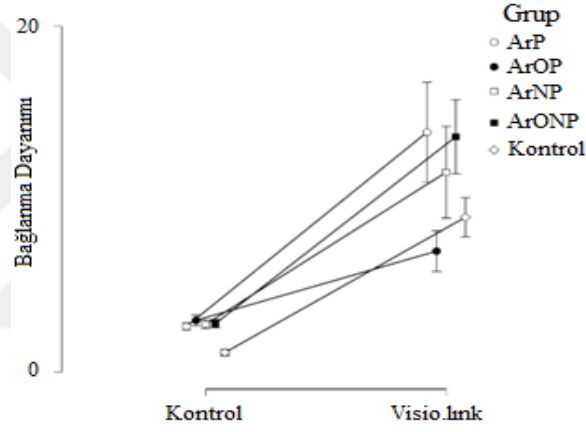
- ArOP grubunun bağlanma dayanım değeri, ArONP grubuna göre istatistiksel olarak anlamlı derecede düşük bulundu ($p=2.19 \times 10^{-8}$).

- ArONP grubunun bağlanma dayanım değeri, C-Kontrol grubuna göre istatistiksel olarak anlamlı derecede yüksek bulundu ($p=1.68 \times 10^{-4}$).

Tüm grupların bağlanma dayanım değerleri Şekil 4.1’de ve tüm Visio.link alt grupların bağlanma dayanım değerleri Şekil 4.2’de verilmiştir.



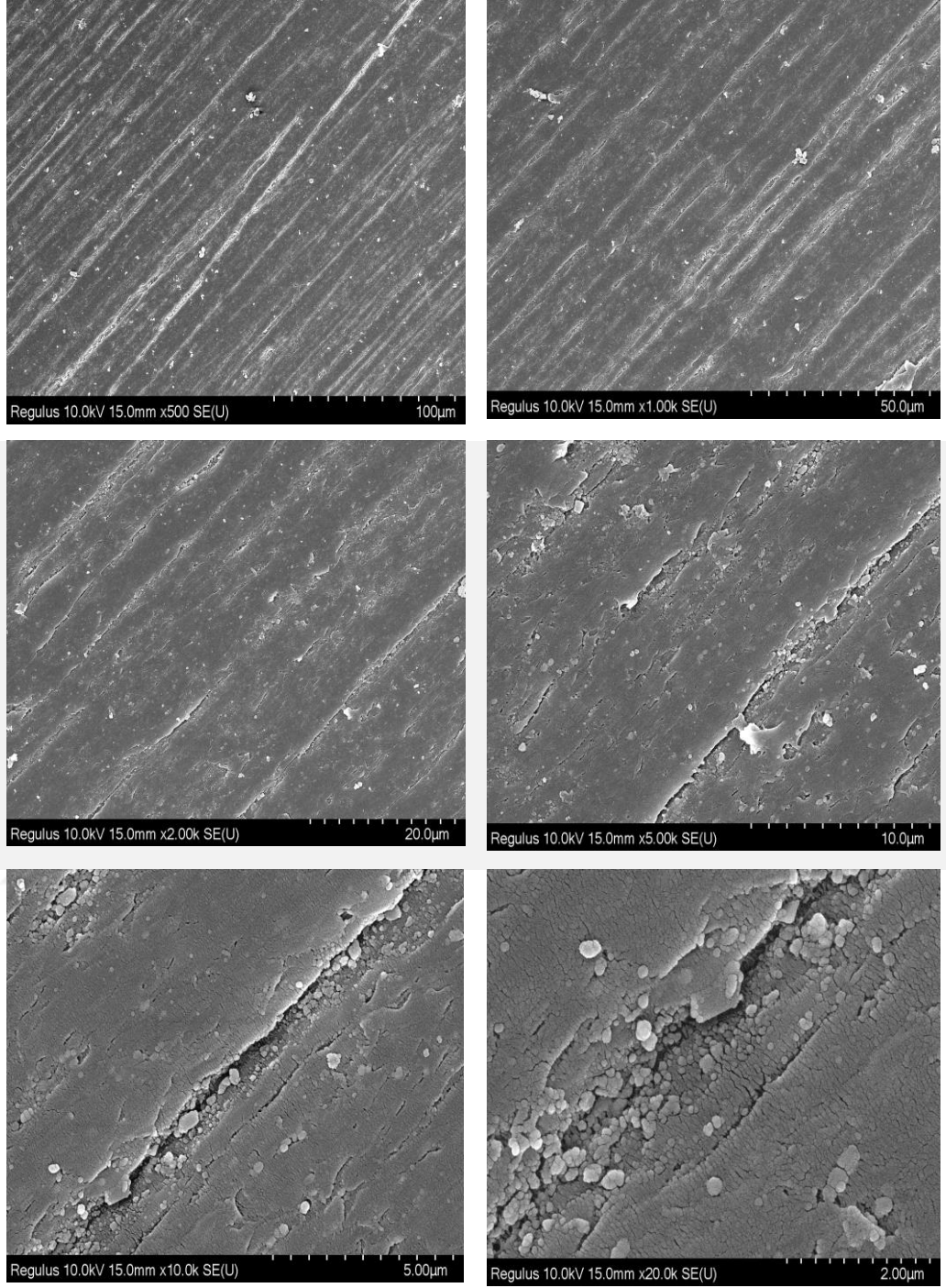
Şekil 4.1. Tüm grupların bağlanma dayanım değerleri



Şekil 4.2. Tüm Visio.link alt grupların bağlanma dayanım değerleri

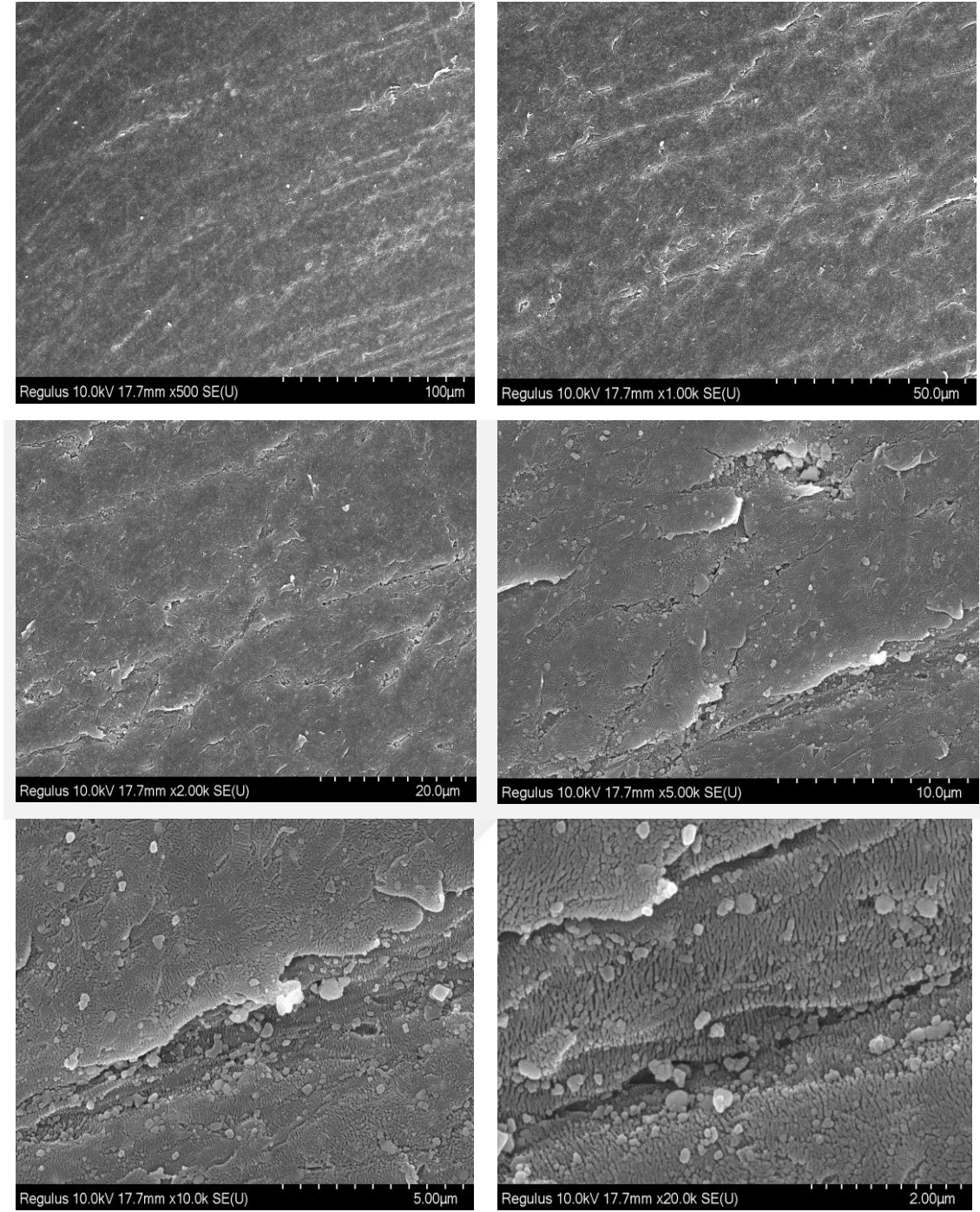
4.2. SEM İncelemeleri Bulguları

SEM incelemeleri ile elde edilen PEEK örneklerin yüzey görüntüleri Şekil 4.3-4.7'de verilmiştir.



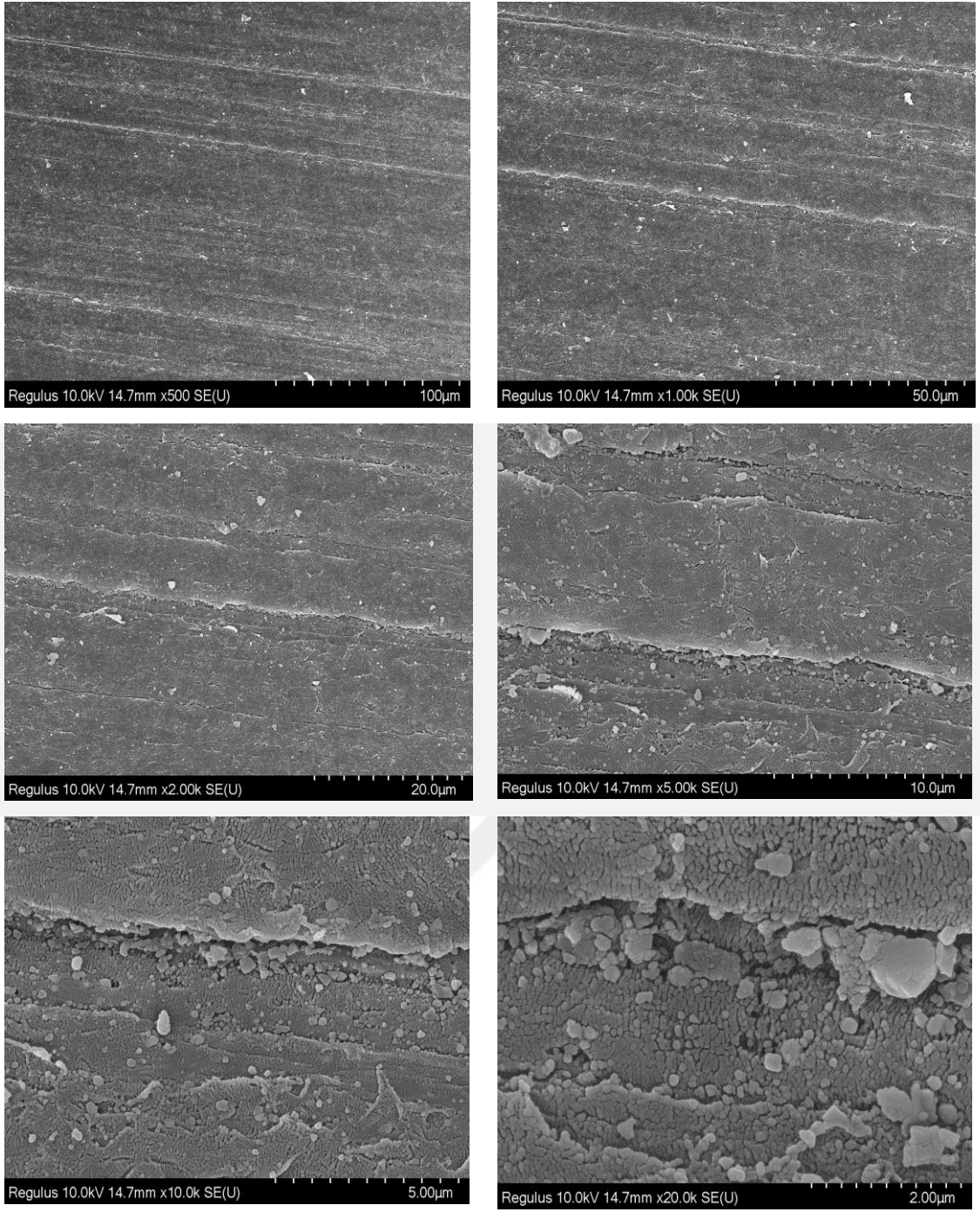
Şekil 4.3. Grup ArP, $\times 500$, $\times 1000$, $\times 2000$, $\times 5000$, $\times 10000$, $\times 20000$ büyütme

ArP grubunun $\times 500$, $\times 1000$, $\times 2000$, $\times 5000$, $\times 10000$, $\times 20000$ büyütme SEM analizi görüntülerinde ince çizikler ve fazla sayıda olmayan mikrotepeciklere rastlanmıştır (Şekil 4.3).



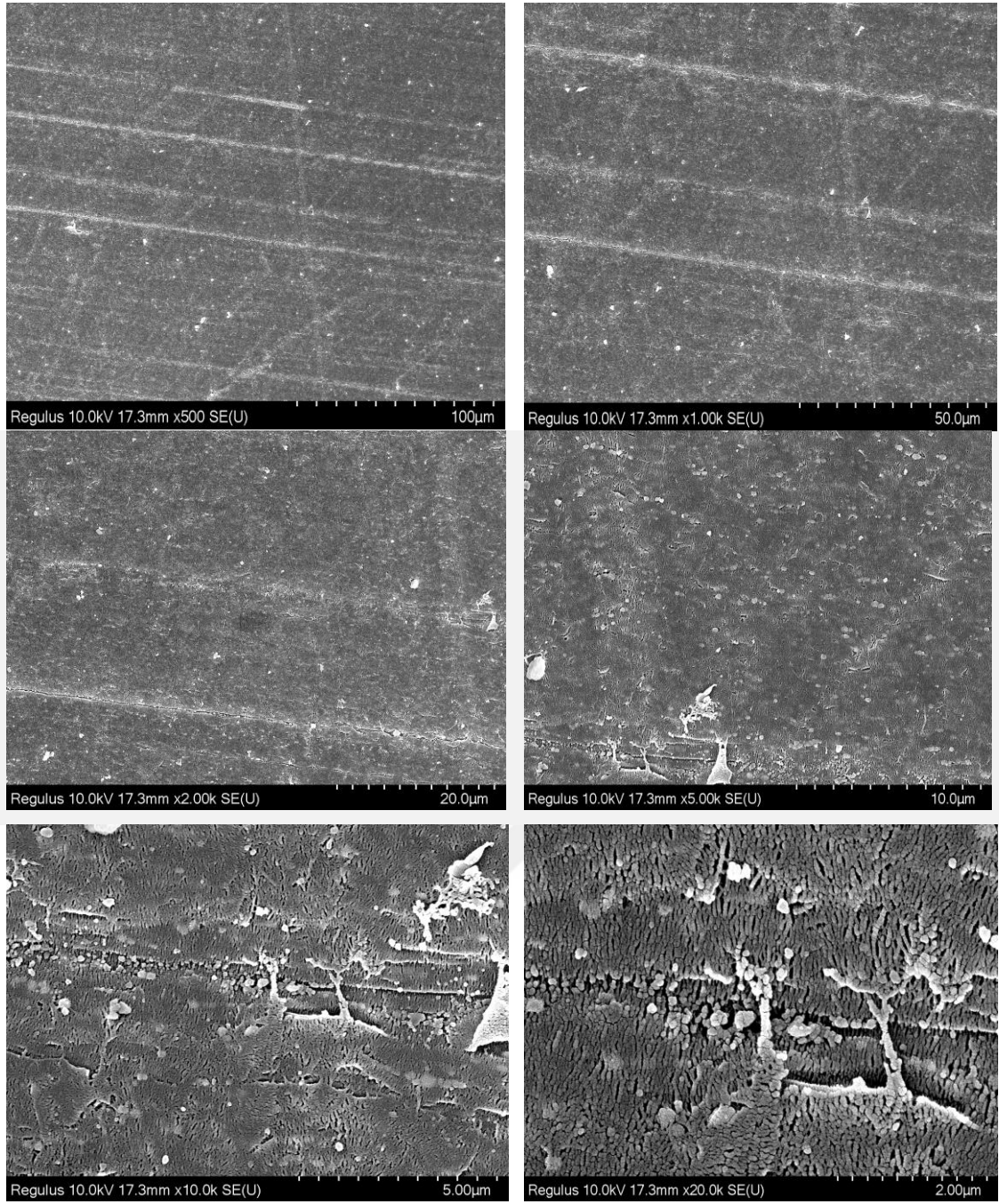
Şekil 4.4. Grup ArOP, $\times 500$, $\times 1000$, $\times 2000$, $\times 5000$, $\times 10000$, $\times 20000$ büyütme

ArOP grubunda SEM analizi görüntülerinde ArP grubundan daha belirgin sayıda küçük çizikler ve düğümler gözlenmiştir (Şekil 4.4).



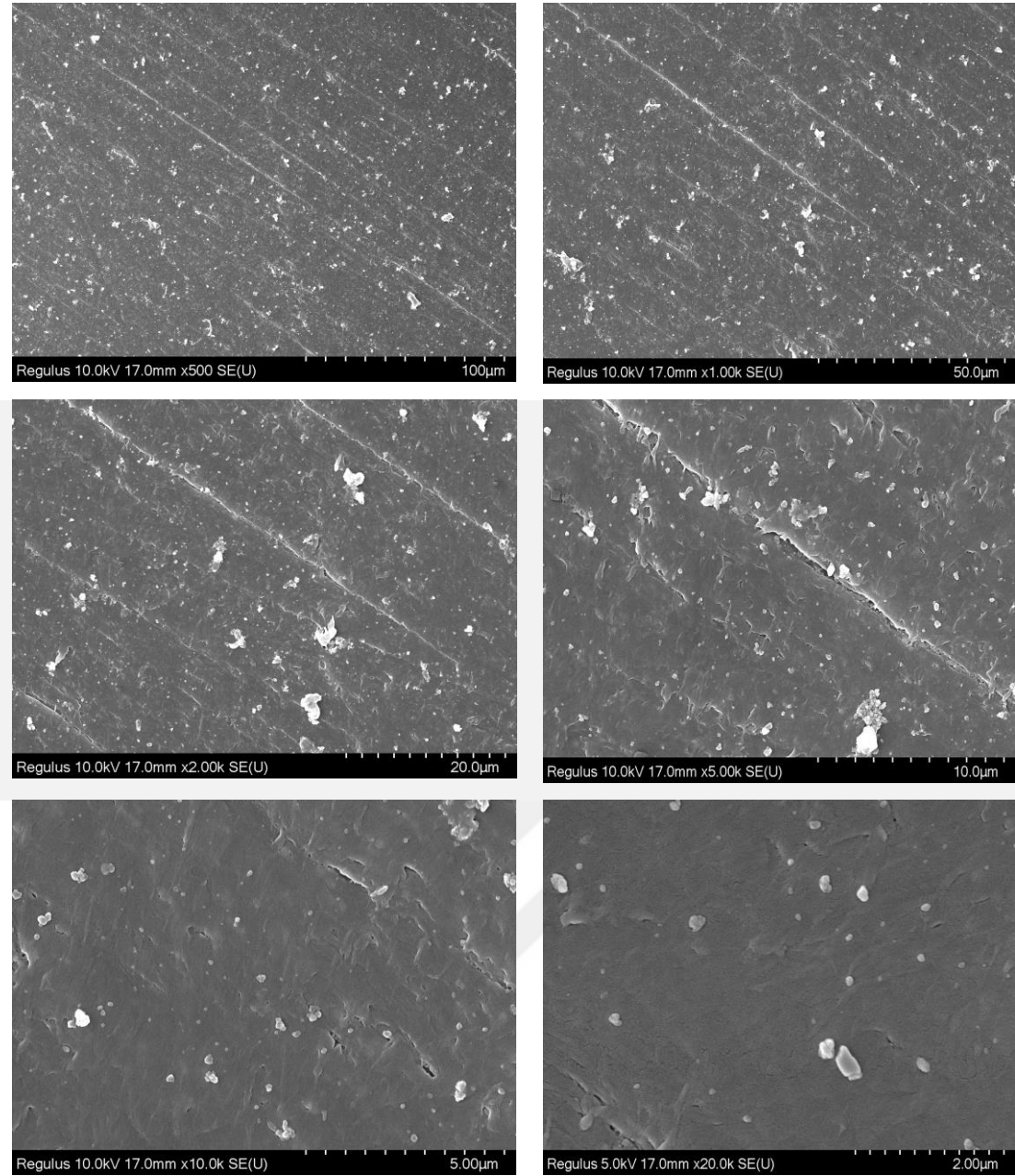
Şekil 4.5. Grup ArNP, $\times 500$, $\times 1000$, $\times 2000$, $\times 5000$, $\times 10000$, $\times 20000$ büyütme

ArNP grubunun SEM analiz incelemelerinde tüm yüzey morfolojisinde çukurlar etrafında bulunan fazla sayıda mikrotepicikler izlenmiştir (Şekil 4.5).



Şekil 4.6. Grup ArONP, ×500, ×1000, ×2000, ×5000, ×10000, ×20000 büyütme

ArONP grubunda SEM analizi görüntülerinde yüzey morfolojisinde diğer gruplardan daha fazla sayıda düzenli ve düzensiz çizikler, belirgin oluklar, çatlaklar izlenmiştir (Şekil 4.6).



Şekil 4.7. Grup C-Kontrol, $\times 500$, $\times 1000$, $\times 2000$, $\times 5000$, $\times 10000$, $\times 20000$ büyütme

Kontrol grubunda hiçbir yüzey işlemi yapılmadığı için SEM analizi görüntülerinde çok az sayıda küçük çizik görülmüş olmasına rağmen, pürüzsüzeye yakın düzenli bir yüzey morfolojisi gözlenmiştir (Şekil 4.7).

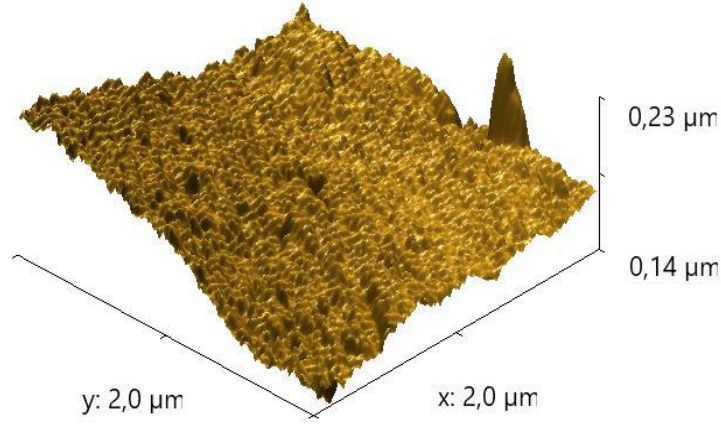
SEM incelemeleri ile elde edilen PEEK örneklerin yüzey görüntülerinde en fazla pürüzlülük ArONP grubunda (Şekil 4.6), en az pürüzlülük ise C-Kontrol grubunda gözlenmesi dışında (Şekil 4.7) diğer grupların görüntüleri arasında fazla bir fark bulunamadı.

4.3. AFM İncelemeleri Bulguları

PEEK yüzey pürüzlülüğünün çeşitli büyütmelemlerle görselliğini sunan SEM analizinin yanı sıra, onu rakamsal ifade etmek için AFM incelemeleri de yapıldı. Aynı ayrı gruplarda bu incelemeler sonucunda elde edilen ortalama yüzey pürüzlülüğü Ra (Roughness Average), farklı değerlere sahip olmuştur (Tablo 4.4, Şekil 4.8- 4.12).

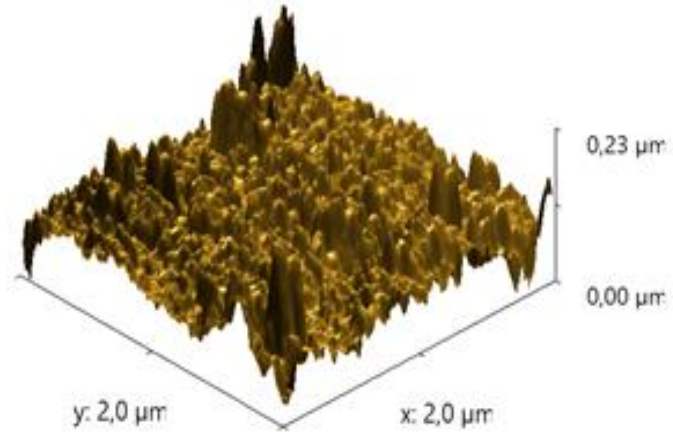
Tablo 4.4. Aynı ayrı gruplarda ortalama yüzey pürüzlülük (Ra) değerleri

Ortalama yüzey pürüzlülük, Ra	Gruplar				
	ArP	ArOP	ArNP	ArONP	C-Kontrol
2 µm boyutlu görüntüde	6.73 nm	8.94 nm	13.1 nm	9.65 nm	5.80 nm
4 µm boyutlu görüntüde	14.6 nm	13.1 nm	29.1 nm	14.9 nm	10.8 nm



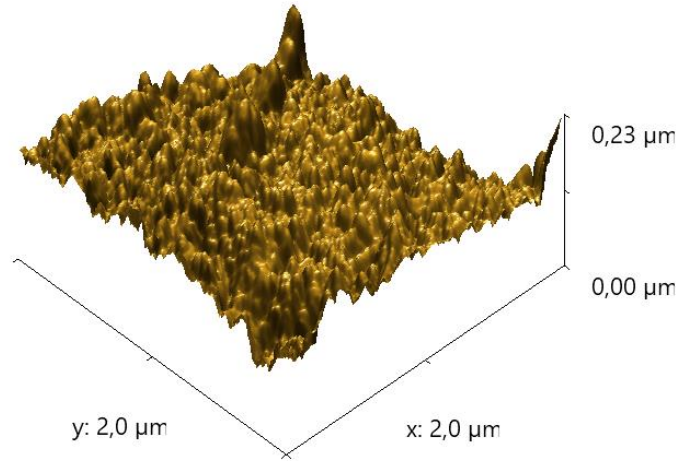
Şekil 4.8. Grup ArP AFM İncelemesi Bulguları

AFM incelemeleri sonucunda ArP grubu için Ra değeri 2 µm boyutlu görüntüde 6.73, 4 µm boyutlu görüntüde 14.6 nm bulunmuştur.



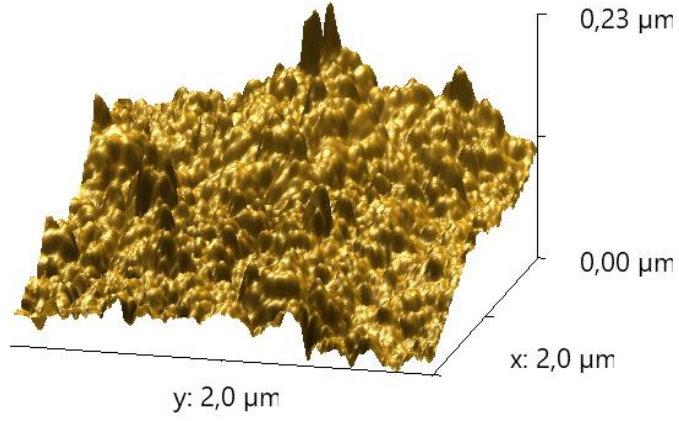
Şekil 4.9. Grup ArOP AFM İncelemesi Bulguları

ArOP grubunda Ra değeri 2 μm boyutlu görüntülemeye 8.94 nm, 4 μm boyutlu görüntülemeye 13.1 nm bulunmuştur.



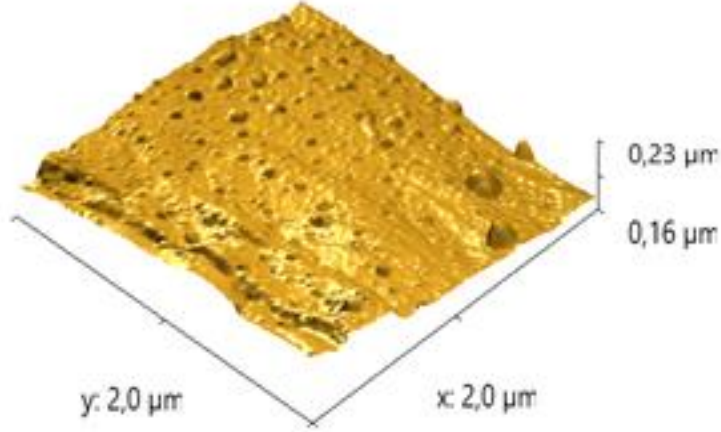
Şekil 4.10. Grup ArNP AFM İncelemesi Bulguları

ArNP grubunda Ra değeri 2 μm boyutlu görüntülemeye 13.1 nm, 4 μm boyutlu görüntülemeye 29.1 nm bulunmuştur.



Şekil 4.11. Grup ArONP AFM İncelemesi Bulguları

ArONP grubunda Ra değeri 2 μm boyutlu görüntülemeye 9.65 nm, 4 μm boyutlu görüntülemeye 14.9 nm bulunmuştur.



Şekil 4.12. Grup C AFM İncelemesi Bulguları

C grubunda Ra değeri 2 μm boyutlu görüntülemeye 5.80 nm, 4 μm boyutlu görüntülemeye 10.8 nm bulunmuştur.

Visio.link gruplarına ait bağlanma dayanım değeri (Tablo 4.3) ve PEEK materyalinin yüzey pürüzlülük (Ra) değerlerine (Tablo 4.4) ait grup karşılaştırma bulguları Tablo 4.5'te gösterilmiştir. Bunun sonucunda bağlanma dayanımı ve yüzey pürüzlülük (Ra) değerleri arasında pozitif ilişki bulunmamıştır.

Tablo 4.5. Visio.link gruplarında bağlanma dayanımı ve yüzey pürüzlülük (Ra) değerlerine göre grup sıralamaları

Bağlanma dayanımına göre grup sıralaması	Yüzey pürüzlülüğüne (Ra) göre grup sıralaması
ArP > ArONP > ArNP > C > ArOP	ArNP > ArONP > ArP > ArOP > C

4.4. Temas Açısı Ölçüm Değerleri

PEEK örneklere farklı solüsyonlar (Diiodometan, Etilen glikol, Formamid ve su) uygulanarak alınmış temas açısı ölçüm değerleri Tablo 4.6 ve Şekil 4.13-4.17'de gösterilmiştir.

Tablo 4.6. PEEK örneklere farklı solüsyonlar uygulanarak alınmış ortalama temas açısı ölçüm değerleri

	ArP grubu	ArOP grubu	ArNP grubu	ArONP grubu	C grubu
Diiodometan	30.96°	30.96°	31.23°	25.20°	25.49°
Etilen glikol	39.79°	44.44°	39.04°	42.53°	56.51°
Formamid	52.83°	33.10°	45.39°	28.13°	50.42°
Su	78.13°	61.45°	60.87°	46.08°	69.19°

Visio.link gruplarında ait bağlanma dayanımı (Tablo 4.3) ve farklı solüsyonların (diiodometan, etilen glikol, formamid, su) temas açıları (Tablo 4.6) değerlerine göre grup sıralanmalarının karşılaştırılması Tablo 4.7-4.10'da gösterilmiştir. Karşılaştırmalar sonucunda bağlanma dayanım ve temas açıları değerleri arasında ilişki bulunmamıştır.

Tablo 4.7. Visio.link gruplarında bağlanma dayanımı ve Diiodometan temas açıları değerlerindeki yüksekliğe göre grup karşılaştırmaları

Bağlanma dayanımına göre grup sıralaması	Diiodometan temas açısına göre grup sıralaması
ArP > ArONP > ArNP > C > ArOP	ArNP > ArP = ArOP > C > ArONP

Tablo 4.8. Visio.link gruplarında bağlanma dayanımı ve Etilen glikol temas açıları değerlerindeki yüksekliğe göre grup karşılaştırmaları

Bağlanma dayanımına göre grup sıralaması	Etilen glikol temas açısına göre grup sıralaması
ArP > ArONP > ArNP > C > ArOP	C > ArOP > ArONP > ArP > ArNP

Tablo 4.9. Visio.link gruplarında bağlanma dayanımı ve Formamid temas açıları değerlerindeki yüksekliğe göre grup karşılaştırmaları

Bağlanma dayanımına göre grup sıralaması	Formamid temas açısına göre grup sıralaması
ArP > ArONP > ArNP > C > ArOP	ArP > C > ArNP > ArOP > ArONP

Tablo 4.10. Visio.link gruplarında bağlanma dayanımı ve temas açıları değerlerindeki yüksekliğe göre grup karşılaştırmaları

Bağlanma dayanımına göre grup sıralaması	Su temas açısına göre grup sıralaması
ArP > ArONP > ArNP > C > ArOP	ArP > C > ArOP > ArNP > ArONP

Yüzey pürüzlülüğü (Tablo 4.4) ve farklı solüsyonların (Diiodometan, Etilen glikol, Formamid, su) temas açıları (Tablo 4.6) değerlerine göre grup karşılaştırmaları Tablo 4.11-4.14'te gösterilmiştir. Bu karşılaştırmalar sonucunda yüzey pürüzlülüğü ile temas açısı değerleri arasında ilişki bulunmamıştır.

Tablo 4.11. Yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve Diiodometan temas açısı değerlerine göre grup karşılaştırmaları

Yüzey pürüzlülüğüne (Ra) göre grup sıralaması	Diiodometan temas açısına göre grup sıralaması
ArNP > ArONP > ArP > ArOP > C	ArNP > ArP = ArOP > C > ArONP

Tablo 4.12. Yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve Etilen glikol temas açısı değerlerine göre grup karşılaştırmaları

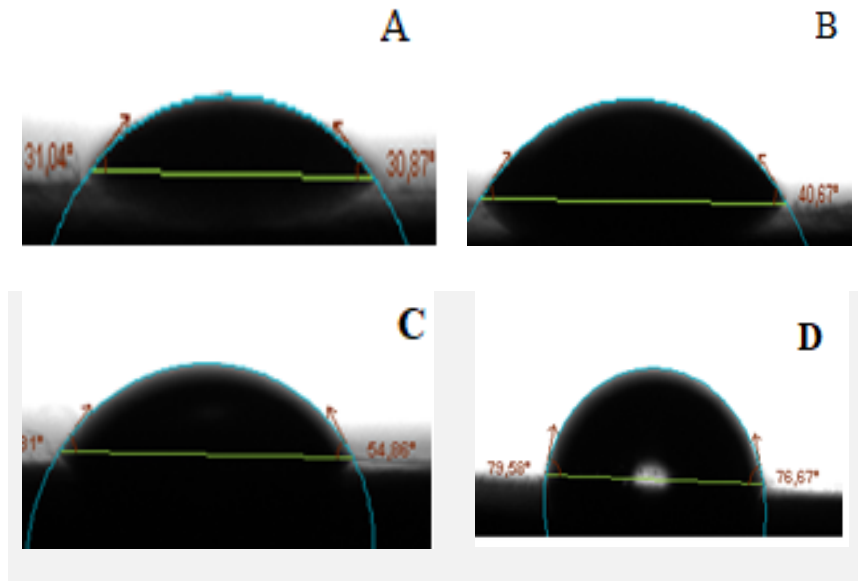
Yüzey pürüzlülüğüne (Ra) göre grup sıralaması	Etilen glikol temas açısına göre grup sıralaması
ArNP > ArONP > ArP > ArOP > C	C > ArOP > ArONP > ArP > ArNP

Tablo 4.13. Yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve Formamid temas açısı değerlerine göre grup karşılaştırmaları

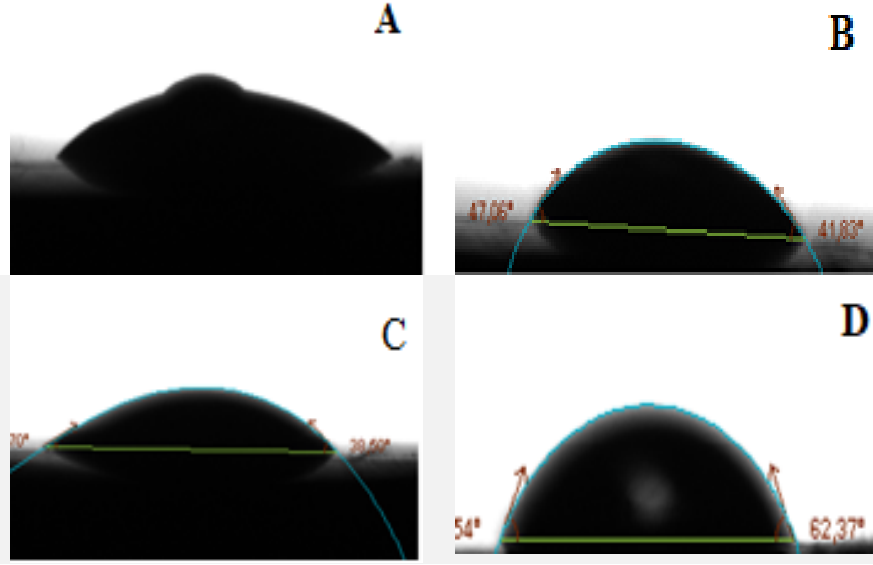
Yüzey pürüzlülüğüne (Ra) göre grup sıralaması	Formamid temas açısına göre grup sıralaması
ArNP > ArONP > ArP > ArOP > C	ArP > C > ArNP > ArOP > ArONP

Tablo 4.14. Yüzey pürüzlülüğü (Ra) ve su temas açısı değerlerine göre grup karşılaştırmaları

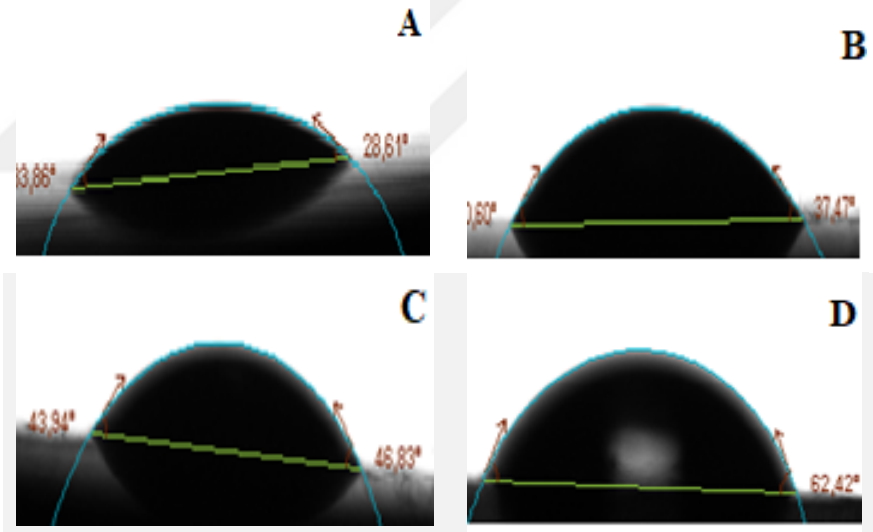
Yüzey pürüzlülüğüne (Ra) göre grup sıralaması	Su temas açısına göre grup sıralaması
ArNP > ArONP > ArP > ArOP > C	ArP > C > ArOP > ArNP > ArONP



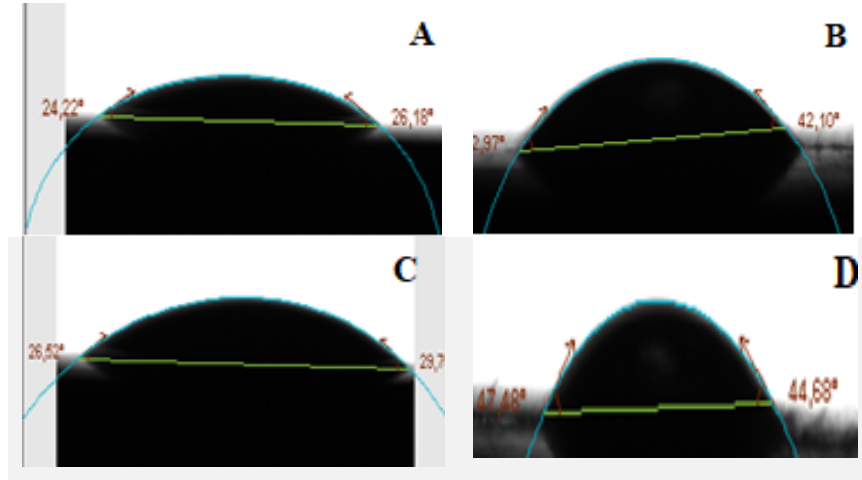
Şekil 4.13. ArP grubuna ait temas açısı ölçüm görüntüleri; A-Diidometan; B-Etilen glikol; C-Formamid; D-Su



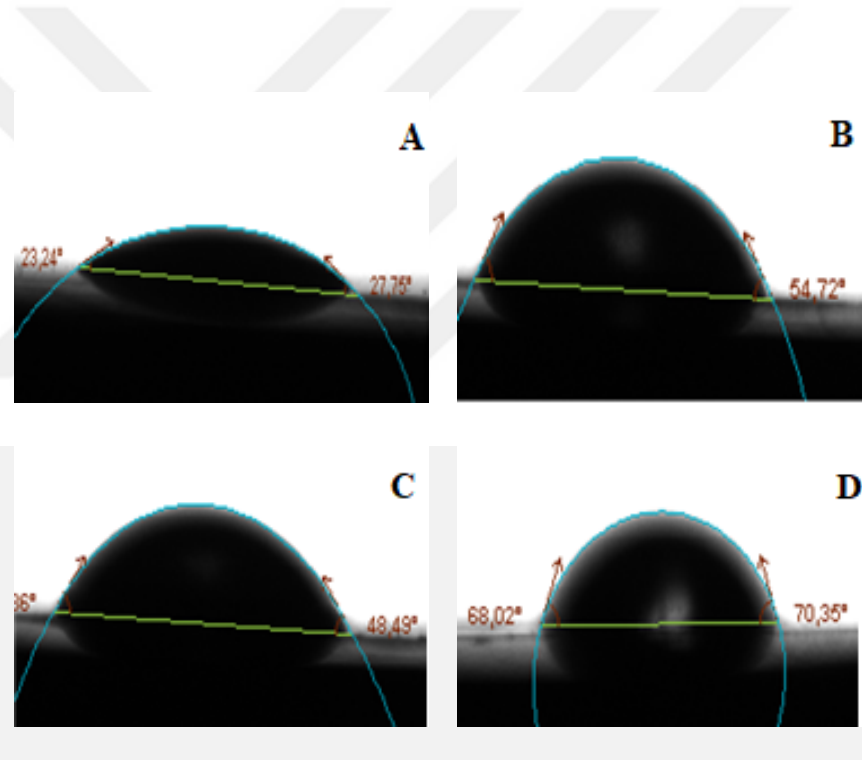
Şekil 4.14. ArOP grubuna ait temas açısı ölçüm görüntüleri; A-Diiodometan; B-Etilen glikol; C-Formamid; D-Su



Şekil 4.15. ArNP grubuna ait temas açısı ölçüm görüntüleri; A-Diiodometan; B-Etilen glikol; C-Formamid; D-Su



Şekil 4.16. ArONP grubuna ait temas açısı ölçüm görüntüleri; A-Diiodometan; B-Etilen glikol; C-Formamid; D-Su



Şekil 4.17. C-kontrol grubuna ait temas açısı ölçüm görüntüleri; A-Diiodometan; B-Etilen glikol; C-Formamid; D-Su

5. TARTIŞMA

Bu çalışmada, doldurucusuz PEEK örnekler üzerine yüzey bağlanma dayanımını arttırmak amacıyla düşük basınçlı Ar (ArP grubu), Ar/O₂ (ArOP grubu), Ar/N₂ (ArNP grubu) ve Ar/O₂/N₂ (ArONP grubu) gazları içeren plazmalar uygulandı. C-Kontrol grubunda ise örnekler herhangi bir yüzey işlemi uygulanmadan kontrol grubu olarak kullanıldı (Şekil 3.12). Kaplama kompozit materyali olarak G-aenial Posterior A3 ve primer olarak Visio.link kullanıldı. Tüm gruplarda yüzey işlemlerinin PEEK ile kaplama kompozit arasındaki bağlanma dayanımına etkisi shear testi ile değerlendirildi. ArP, ArNP ve ArONP gruplarında PEEK materyali ile kaplama kompozit arasında bağlanma dayanımının yüksek olduğu ve istatistiksel olarak farklı olduğu belirlendi.

PEEK materyali, elverişli mekanik^{2, 8} ve biyouyumluluk özelliklerinden^{8, 9} dolayı diş hekimliğinde sabit ve hareketli parsiyel protez altyapılarında, implant ve abutmentlerde kullanılmaktadır.^{5, 7} Ağızda metal tadı oluşturmaması, termal ve elektriksel iletkenlik göstermemesi, alerjen olmaması, düşük plak tutma özelliği, yüksek dayanıklılığı, hafifliği ve aşınmaya karşı yüksek direnci PEEK materyalinin avantajlarındanıdır.^{3, 25, 64} Bu özellikler PEEK'i tıp ve diş hekimliğinde metallere alternatif hale getirmiştir.^{25, 68} Sabit ve hareketli bölümlü PEEK protezlerin CAD/CAM sistemleri ile daha kısa sürede üretilmesi mümkündür. Bu yöntem ile hazırlanmış PEEK sabit protezlerin kırılma direncinin lityum disilikat, alüminyum ve zirkonyum seramikten daha yüksek olduğu bildirilmiştir.^{25, 72} PEEK materyali yeterince şeffaf olmadığı için estetik alanlardaki sabit bölümlü protezlerde kompozitle kaplanması gerekmektedir.^{2, 25, 37}

PEEK'in düşük yüzey enerjisi ve kimyasal inert özelliği nedeniyle, PEEK ile kaplama kompozit arasında bağlanma dayanım problemleri görülebilir.¹⁻⁶ Bağlanma kuvvetlerini arttırmak için PEEK materyaline yüzey pürüzleme uygulamaları

önerilmiştir.^{5, 74, 79, 80} Kaplama kompozitlerin bağlanma (adeziv) özelliğini arttırmak için genelde primer sistemleri kullanılmaktadır.^{2, 5, 14, 16, 103}

Kumlamanın etkisi değişkendir ve operatöre bağlıdır.¹³ Klinik ortamda tehlikeli olabileceğinden sülfürik asit veya piranha solüsyonu uygulamaları güvenilir değildir.¹⁰⁴ Lazer uygulamaları sonucunda PEEK yüzeyinde fonksiyonel kimyasal gruplar açısından belirgin bir fark bulunamamıştır.¹⁰⁵ Plazma yüzey işleminden sonra ise PEEK materyalinin yüzeyinde kimyasal değişiklikler ve bağlanmayı arttıran serbest radikaller oluştuğu bildirilmiştir.⁹²

Plazma; çeşidi, uygulanma gücü, süresi ve kullanılan gazın türü ile ilgili olarak farklı değerlerde etki sergilemektedir.^{106, 107} Plazma atmosferik veya düşük basınçlı olarak kullanılabilir. Atmosferik plazma işlemlerine dayanan yöntemler, vakum gerektirmeden uygulanabilir olmasından dolayı işlem kolaylığı avantajına sahiptir. Tüm işlem sırasında materyal atmosferle temas halinde olur. Yüzey, plazma gazları ile olduğu kadar, atmosfer gazları ile de reaksiyona girebilir. Atmosferik plazma cihazı uygulamalarında plazmanın etkisinin daha da artması beklenebilir.¹⁹

Bazı araştırmacılar tarafından atmosferik basınçlı çeşitli plazma uygulamalarının, polimer yüzeyinin adezyon kalitesini yükseltmekte etkili olduğu gösterilmiştir.^{108, 109} Atmosferik basınçlı plazmanın, PEEK'in yüzey enerjisini arttırması açısından düşük basınçlı plazma ile karşılaştırıldığında daha etkili olduğunu gösteren çalışmalar literatürde mevcuttur.^{110, 111}

Plazma uygulamasının, bazı kimyasal grupların açığa çıkarılmasıyla adezyonun arttırılmasında çok yönlü etkisi bulunmaktadır. Polimerler gaz plazmasına maruz kaldığında, yüzeylerde iki önemli kimyasal işlemin gerçekleşmesi beklenmektedir. Birincisi, plazma iyonlarının polimer yüzeylerini bombardıman ederek polimer zincirlerin kırılması ve küçük bozunma ürünlerinin oluşumudur.⁹⁵ Polimerik zincirlerden

hidrojen ayrılması ile serbest radikaller oluşabilir. C–C ve C–H bağları aktif gaz türleri tarafından dağılır ve çapraz bağlanabilir.¹¹² Diğer kimyasal etki ise plazmada serbest radikallerin etkileşiminden kaynaklanarak polimer yüzeyinde oksijen/nitrojen fonksiyonel gruplarının meydana gelmesidir.⁹⁵

Bötel ve ark.¹¹³ düşük basınçlı O₂ plazmasının, kumlamadan sonra 35 dk süresinde uygulandığında PEEK mateyali ile kompozit kaplama arasında bağlanma dayanımının artırılması açısından çok etkili olduğunu bildirmişlerdir. Schwitalla ve ark.¹² kumlama ve düşük basınçlı Ar/O₂ plazması ile yüzey işleminin, adeziv materyali ile birlikte uygulanmasının özellikle doldurucusuz PEEK materyalinde bağlanma dayanımını olumlu şekilde arttırdığını bildirmişlerdir. Çalışmamızda, benzer çalışmalar referans alınarak tüm plazma gruplarındaki örnek yüzeylerine düşük basınçlı plazma uygulaması yapılmıştır.^{12, 113}

Zhou ve ark.⁸⁰ düşük basınçlı Ar plazma uygulaması sonucu PEEK materyali ile rezin siman (RelyX) veya adeziv bond (SE Bond) arasında bağlanma dayanımının arttığını bildirmişlerdir. Bu uygulamalar sonucunda Ar plazma grubunda makaslama bağlanma dayanımının 6.8 MPa, kumlamada 5.3 MPa, kontrol grubunda 5.2 MPa olduğu görülmüştür.⁸⁰ Zhou ve ark.'nın¹¹⁴ bir başka çalışmasında PEEK yüzeyine farklı yüzey işlemleri uygulanarak ve farklı termal yaşlandırma işlemlerine tabi tutularak bağlanma dayanımı değerlendirilmiştir. PEEK yüzeyine uygulanmış Ar plazma ve femtosaniye lazerin PEEK materyalinin bağlanma dayanımını arttırdığı, en yüksek bağlanma dayanımının ise Ar plazma uygulanmış grupta olduğu bulunmuştur. Farklı yaşlandırma prosedürlerinin ise bağlanma dayanımını azalttığı görülmüştür. Zhang ve ark.'nın⁹⁵ çalışmasında, PEEK yüzeyinin bağlanma dayanımının Ar, N₂ ve O₂ RF plazma yüzey işlemi uygulanmasından sonra arttığı bildirilmiştir. Maksimum bağlanma dayanımı, PEEK materyaline 4 dk boyunca Ar plazma uygulandığında elde edilmiştir. Uygulama

süresinin arttırılması ile bağlanma dayanımının daha da artabileceği belirtilmiştir. Benzer çalışmalar dikkate alınarak ArP grubundaki PEEK örnekler 35 dk süreyle %100 Ar plazması, 6×10^{-2} torr vakum odası basıncında, 6 sccm akış hızında, 13.56 MHz ve 20 W RF gücünde uygulandı.^{80, 95, 114, 112, 115}

Shinohara ve ark.¹¹⁶ PMMA örneklerde atmosfer basınçlı O₂ plazması ile işlem sonrasında bağlanma dayanımının, kontrol grubundaki örneklerden yaklaşık üç kat fazla olduğunu bildirmişlerdir. Martins ve ark.'nın¹¹⁵ çalışmasında polikaprolakton nanofiberlerine O₂ ve Ar plazma ile yüzey işlemi uygulandığında O₂ plazmasının, daha düşük temas açısı ve bağlanma dayanımını arttıran yüksek hidrofilik özelliğe neden olduğu gösterilmiştir. Comyn ve ark.'nın¹¹⁷ çalışmasında düşük basınçlı oksijen, hava, argon ve amonyak gazı plazma uygulamalarından sonra PEEK materyalinin kompozitle bağlanma dayanımı büyük ölçüde artmıştır. İşlem görmüş materyallerin yüzey özelliklerinde önemli bir değişiklik olmadan, laboratuvar koşullarında 90 güne kadar saklanabildiği, ancak bunların aseton ile silinmesi sonucunda plazma işleminin oluşturduğu etkilerin kısmen kaybolduğu belirtilmiştir. Plazma ve aseton uygulanması sonrası PEEK yüzeyinde pürüzlülüğün oluşmadığı sonucuna varılmıştır. En fazla bağlanma dayanımı O₂ plazması uygulanmış grupta görülmüştür.¹¹⁷ Schwitalla ve ark.'nın¹² çalışmasında farklı yüzey işlemlerinin (düşük basınçlı Ar/O₂ plazma ve kumlama) PEEK materyali ile kompozit kaplama arasındaki bağlanma dayanımına etkisi araştırılmıştır. Sonuç olarak kumlama ve düşük basınçlı Ar/O₂ plazma yüzey işleminin, özellikle doldurucusuz PEEK materyalinde bağlanma dayanımını arttırdığı görülmüştür. Bötöl ve ark.'nın¹¹³ çalışmasında PEEK materyali kumlandıktan sonra Ar ve O₂ plazması ile farklı sürelerle (3 dk O₂ plazma, 35 dk O₂ plazma, 3 dk Ar/O₂ plazma, 35 dk Ar/O₂ plazma) yüzey işlemine tabi tutulmuştur. En yüksek bağlanma dayanımı değeri 35 dk. O₂ plazma uygulanmış grupta görülmüştür. Farklı gaz plazmaları birlikte uygulandığında

PEEK ile kompozit kaplama arasında bağlanma dayanımının arttığı bildirilmiştir.^{12, 13, 113} Benzer çalışmalar^{12, 113, 117} dikkate alınarak ArOP grubundaki PEEK örneklere 35 dk süreyle %50 Ar+%50 O₂ plazması, 6×10⁻² torr vakum odası basıncında, 6 sccm akış hızında, 13.56 MHz ve 20 W RF gücünde uygulandı. Genelde yüzeye plazma uygulanması sonucunda oksijen içeren gruplar oluşarak yüzeyin hidrofilik özelliği artmaktadır.^{105, 115, 118, 119} PEEK yüzeyine uygulanan plazma işleminden sonra C–O ve C=O miktarında artış görülmesi oksidasyonun bir göstergesidir.^{105, 109} Gupta ve ark.¹¹⁸ plazma uygulama süresinin artmasıyla -C=O, -OH ve -OOH, gruplarının da arttığını belirtmişlerdir. Lai ve ark.¹¹⁹ oksijen gruplarından C=O grubunun polimerin hidrofilik özelliğine daha çok katkı sağladığını ileri sürmüştür. Bu etkilerin oluşmasında hidroksil (-OH) ve karbonil (C=O) gruplarının önemi bildirilmiştir.^{115, 117}

Yavirach ve ark.¹²⁰ N₂ plazması ile yüzey işleminden sonra polimer yüzeyler ile kompozit materyaller arasında bağlanma dayanımında önemli bir artış olduğunu göstermişlerdir. Bunun nedeni N₂ plazması uygulandıktan sonra polimer yüzeylerinde oluşmuş fonksiyonel gruplardır. Bu terminal nitrojen gruplarının amin ve imin karbon türleri olması düşünülmektedir. N₂ plazma yüzey işleminin ayrıca, polimeri oluşturan fenil halkasının açılmasını da etkilediği bildirilmiştir. Terminal nitrojen gruplarının, kompozit rezindeki fonksiyonel gruplarla reaksiyonu sonucunda bağlanma olumlu etkilenmektedir.¹²⁰ Lommatzsch ve ark.¹²¹ hava plazması ve nitrojen plazması uygulamalarından sonra polietilen polimerinin bağlanma dayanımında önemli yükselmeler bulmuşlardır. Nitrojen içeren plazma (N₂ veya NH₃ plazması) ıslanabilirliği ve biyouyumluluğu artırır.¹¹² Ayrıca, amin ve imin fonksiyonel grupları, zamanla oksijen fonksiyonel gruplarına kıyasla daha sabit kalabilir.¹²⁰ Younis ve ark.¹³ doldurucusuz PEEK örneklerde farklı gaz plazma yüzey işlemlerinin PEEK ile kompozit kaplama arasındaki bağlanma dayanımına etkisini araştırmışlardır. Ar, O₂ N₂ ve hava plazması

uygulanan gruplar arasında N₂ plazması ile yüzey işlemleri yapılmış örnekler en yüksek bağlanma dayanımı (10.04 MPa), kontrol grubu ise en düşük (5.38 MPa) bağlanma dayanımı sergilemiştir. Benzer çalışmalar^{13, 120, 121} dikkate alınarak ArNP grubundaki PEEK örneklerine 35 dk süreyle %50 Ar+%50 N₂ plazma karışımı, ArONP grubunda ise %75 Ar+%12.5 O₂+%12.5 N₂ plazma gaz karışımı 6×10⁻² torr vakum odası basıncında, 6 sccm akış hızında, 13.56 MHz ve 20 W RF gücünde uygulandı.

Plazma uygulamasından sonra yüzeyde oluşmuş fonksiyonel gruplar PEEK/kompozit bağlanma dayanımını arttırdığı için, çalışmamızda O₂ ve N₂ plazmaları kullanıldı. Bağlanma dayanımında Ar plazmasının da yüksek etkisinin olduğu^{95, 112, 115, 118} dikkate alınarak, tüm bu gazların çeşitli karışımları kullanıldı. Plazmalar, %100 Ar (ArP), %50 Ar+%50 O₂ (ArOP), %50 Ar+%50 N₂ (ArNP) ve %75 Ar+%12.5 O₂+%12.5 N₂ (ArONP) grupları şeklinde uygulandı.

Farklı yüzey işlemlerinden sonra her gruptan bir örneğin yüzey analizi, pürüzlülük ve ıslanabilirlik ölçümleri yapılmıştır. SEM analizi, Elektron Mikroproba (EMP) benzer, ancak analiz yapmak yerine öncelikle görüntüleme için tasarlanmıştır.⁹⁹ Farklı yüzey işlemlerinin PEEK materyalinin yüzey topografisine, morfolojisine ve PEEK materyali ile kaplama kompozit arasında bağlanma dayanımına etkisini değerlendirmek için birçok çalışmada da yüzey analizleri yapılmıştır.^{1, 80, 95, 105} Farklı yüzey işlemlerinin PEEK materyalinin yüzey morfolojisine ve kompozit kaplama ile bağlanma dayanımına etkisini detaylı olarak inceleyebilmek amacıyla, her gruptan bir örnek SEM (Hitachi Regulus 8230 FE-SEM, Japonya) ile incelenmiştir.

AFM yöntemi ile inceleme, nanometre çözünürlüğünde yüzey pürüzlülüğünün üç boyutlu ayrıntılı topografik görüntülerini oluşturma imkanı sağlar.¹⁰¹ Çalışmamızda PEEK örneklerin farklı yüzey işlemlerinden sonra yüzey pürüzlülüğü ölçümlerini

rakamla değerlendirmek için benzer çalışmalar^{7, 114} da dikkate alınarak, AFM cihazı (Veeco/Multimode V, Amerika) ile yüzey analizi gerçekleştirilmiştir.

Yüzey ıslanabilirliğini değerlendirmek için, damla yüzeyi ile sert yüzey arasındaki açı (temas açısı) yıllardır kullanılmaktadır.¹⁰² Çalışmamızda, benzer çalışmalarda^{1, 12, 105, 113, 114} da kullanılan sessile drop tekniği tercih edilerek, temas açısı cihazı (Attention Theta Lite Tensiometer, Amerika) ile temas açısı ölçümleri dört farklı sıvı (diiodometan, etilen glikol, formamid ve su) kullanılarak yapılmıştır.

O₂ veya N₂ plazmaları ile işlenen polimer yüzeyler, yüksek enerjili yüzey gruplarının oluşumu nedeniyle daha hidrofilik hale gelir. Hidrofilik özellik sabit değildir, kısmi veya tam hidrofobik geri kazanım vardır. Bazen, hidrofobik geri kazanım sayesinde, test materyalleri zaman içinde birçok farklı temas açısı sergileyebilir. Bu süre, çeşitli plazma işlemlerinde ve materyallerde saatler ile aylar arasında değişebilir. Bir çok uygulama için büyük bir dezavantaj oluşturabilir. İşlenmiş materyalin kuru koşullarda saklandığında geri kazanımının başlıca nedenleri, yüzey tabakasının eski haline dönmesi (reformasyonu) veya polimer zincirlerinin polimer kütesinden yüzeye ya da yüzeyden kütleye göçü olabilir. Örnekler bir çözücüde saklanır veya yıkanır, polimer parçacıkları çözülebilir, yüzeyden ayrılabilir.¹²² PEEK materyalinin plazma uygulandıktan kısa bir süre sonra kompozitle kaplanması durumunda, hidrofobik geri kazanım gerçekleşmez.

PEEK materyali ile kompozit kaplama arasındaki bağlanma dayanımının artırılması için yüzey modifikasyon yöntemlerine ilave olarak adeziv primer sistemleri de kullanılmaktadır.^{5, 14} PEEK ile adeziv primer arasındaki çapraz bağlanma, adezivin polimer içerisindeki difüzyonunu artırarak kompozit kaplama ile bağlanma dayanımını güçlendirir.⁸⁷ Farklı çalışmalarda çeşitli primerlerin PEEK ile kompozit kaplama arasındaki bağlanma dayanımına etkisi araştırılmıştır.^{4, 14, 74, 79, 80} MMA içerikli primerlerin MMA monomerinin, PEEK ile kompozit kaplama arasındaki bağlanma

dayanımını arttırdığı bildirilmiştir. Visio.link primeri, PEEK ile kaplama kompozit materyali arasında daha yüksek bağlanma dayanımı oluşturmaktadır.^{2, 4, 5, 14} Visio.link primerin içeriğindeki MMA monomeri PEEK yüzeyini aktifleştirir ve Visio.link yapısında bulunan PENTIA ve dimetakrilat ile birlikte bağlanma dayanımının artmasına neden olur.^{4, 16, 103} Çalışmamızda, tüm bu özellikler dikkate alınarak MMA içerikli Visio.link primeri kullanılmıştır.

Bağlanma dayanımı ölçümü yapılırken özel teflon kalıplar, bağlantı yüzeyini standart olarak elde edebilmek amacıyla bazı çalışmalarda kullanılmıştır.^{1, 12, 113} Benzer çalışmalara uygun olarak özel teflon kalıp kullanılarak PEEK ile kompozit kaplamanın bağlanması sağlanmıştır. Teflon kalıp (Ultradent Products Inc, Amerika) PEEK örnek yüzeyine bağlandıktan sonra kompozit kaplama materyali (G-ænial Posterior A3, Dental Products Corp, Japonya) uygulanmıştır.

Makaslama bağlanma dayanım testi, gerilme testi ile kıyaslandığında örneklerin hazırlanmasının kolaylığı ve ölçme protokolünün basit olması gibi avantajlarından dolayı sıklıkla kullanılmaktadır. Gerilme testinde ise örneklerin cihaza dizilmesi sırasında zararlı stres oluşturmadan uygulanması zordur.⁹⁷ Makaslama testinde örnekler, makine üzerinde yer alan özel ayarlanabilen tutucu parça kullanılarak sabitlenir. Bağlantı bölgesi, örneğin yüzeyine paralel olarak belli bir hızla hareket ederek kuvvet uygulayan uç tarafından kırılır.⁹⁶ Çalışmamızda PEEK ile kompozit kaplama materyali arasındaki bağlanma dayanımını değerlendirmek için 0.5mm/dk. hızla 500 N kuvvet uygulanarak universal test cihazı ile bağlanma dayanımı değerlendirildi.^{1, 12, 86, 113}

Çalışmada Visio.link uygulanmış alt gruplarda bağlanma dayanım ortalama değerlerine göre büyükten küçüğe doğru ArP>ArONP>ArNP>C>ArOP sıralanmaktadır. Bunlardan ArP (13.86±4.04 MPa), ArONP (13.60±2.99 MPa) ve ArNP (11.55±3.70 MPa) Visio.link alt grupları C-Kontrol alt grubundan (8.95±1.57 MPa) ve ArOP

grubundan (6.99 ± 1.64 MPa) istatistiksel olarak anlamlı derecede farklı ve yüksek bağlanma dayanım değerlerine sahiptir. ArOP Visio.link alt grupları (6.99 ± 1.64 MPa), Visio.link C-Kontrol alt grubundan (8.95 ± 1.57 MPa) daha düşük bağlanma dayanım değerleri gösterdi ancak ArOP Visio.link alt grubu ile C-Kontrol Visio.link alt grubu arasında istatistiksel olarak fark bulunmadı.

Çalışmamızda, Visio.link uygulanmamış kontrol alt gruplarda PEEK ile kaplama kompozit arasındaki bağlanma dayanımı ortalama değerlerinden ($1.13-2.99$ MPa) farklı olarak, Visio.link uygulanmış tüm alt gruplardaki bağlanma dayanımı ortalama değerleri ($6.99-13.86$ MPa), ISO 10477 standardına¹²³ (en az 5 MPa) uygundur (Tablo 4.2-4.3). Bu nedenle, PEEK materyaline primer uygulaması olmadan kompozit kaplama uygulanmamalıdır.

Çalışmamızda uygulanan plazma çeşitlerinden hiçbirinin makaslama bağlanma dayanımını arttırmayacağını ileri süren hipotez doğrulanmamıştır. Argon plazmasının tek (%100), ya da argon+oksijen+nitrojen plazma şeklinde kullanımının PEEK/kompozit bağlanma dayanımını arttırdığını söyleyebiliriz.

Zhou ve ark.'nın¹¹⁴ çalışmasında PEEK örneklerin farklı yüzey işlemlerine (kumlama, Ar plazma, femtosaniye lazer) ve yaşlandırma prosedürlerine tabi tutulduktan sonra kompozit kaplama ile arasındaki bağlanma dayanımı ölçülmüştür. En yüksek bağlanma dayanım değeri Ar plazma uygulanmış grupta (8.5 MPa) görülmüştür. Çalışmamızda Ar plazma uygulanmış grubun bağlanma dayanım değeri (13.86 ± 4.04 MPa), benzer çalışmadan daha yüksek bulunmuştur.¹¹⁴ Zhou ve ark.¹¹⁴ farklı yaşlandırma prosedürlerinin bağlanma dayanımını azalttığını bildirmişlerdir. Çalışmamızda PEEK materyallerine yaşlandırma işlemleri uygulanmamıştır. Bu sebeple daha yüksek ortalama değerler elde edilmiştir. Zhou ve ark.⁸⁰ bir başka çalışmada farklı yüzey işlemlerinin (kumlama, sülfürik asit, hidroflorik asit ve Ar plazma) PEEK materyali ile kompozit

kaplama arasındaki bağlanma dayanımına etkisini değerlendirmişlerdir. Çalışmamızdan farklı olarak bu çalışmada Ar plazma grubunda bağlanma dayanımı (6.8 MPa) düşük bulunmuştur. En yüksek bağlanma dayanım değeri sülfürik asit (8.7 MPa) grubunda görülmüştür. Çalışmamızda Ar plazma grubunda yüksek bağlanma dayanım (13.86±4.04 MPa) değerlerinin elde edilmesinin nedeni; çalışmamızda MMA içeren primer Visio.link (Bredent GmbH & Co KG, Senden, Almanya) kullanılırken, benzer çalışmada⁸⁰ ise MMA içermeyen primer SE Bond/ Clearfil AP-XTM kullanıldığından kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

Schwitalla ve ark.¹² düşük basınçlı Ar/O₂ plazma ile yüzey işlemi sonucu çalışmamızın bulgularına benzer şekilde, özellikle doldurucusuz PEEK örneklerde kontrol grubundan daha yüksek bağlanma dayanım değerleri elde etmişlerdir. Sadece plazma uygulanmış grupta bağlanma dayanım değeri 7.63 MPa, kumlama ile birlikte plazma uygulanmış grupta ise 19.8 MPa olmuştur. Çalışmamızın ArOP grubunda bağlanma dayanım değeri (6.99 MPa) bu çalışmada sadece plazma uygulanmış gruba yakın olmasına rağmen, kumlama ile birlikte plazma uygulanmış gruptan düşük bulunmuştur. Bunun nedeni kumlamanın bağlanma dayanımına ve yüzey pürüzlülüğüne olumlu etkisi ile açıklanabilir.¹²

Bötel ve ark.¹¹³ dolduruculu ve doldurucusuz PEEK örneklere 3 dk O₂ plazma, 35 dk O₂ plazma, 3 dk Ar/O₂ plazma karışımı, 35 dk Ar/O₂ plazma karışımı uygulamışlardır. En yüksek bağlanma dayanımı 35 dk O₂ plazma ile yüzey işlemi yapılmış, Gradia Flo kaplama kompozit uygulanmış dolduruculu PEEK materyalinde görülmüştür. Vita kompozit ile kaplanmış örneklerde bağlanma dayanım değeri, Gradia ile kaplanmış örneklerin bağlanma dayanımından daha düşük görülmüştür. Gruplar arasında ve kontrol grubuna kıyasla anlamlı farklılık izlenmemiştir. Çalışmamızın sonuçlarından farklı olarak bu çalışmada yüksek bağlanma dayanım (34.92 MPa) değerleri görülmüştür. Bunun

nedeni, plazma uygulamasının Al_2O_3 ile kumlamadan sonra gerçekleştirilmesi ve kullanılan kaplama kompozit türü ile ilişkili olabileceği düşünülmektedir.

Plazmaların polimer (PEEK) yüzeyinde genelde oksijen içeren aktif kimyasal gruplar oluşturması, çalışmamızdaki %50 Ar+%50 O_2 (grup ArOP) plazmasının bu grupları ve bağlanma dayanımını daha da arttıracakı düşünülebilir. Çalışmamızda, Visio.link uygulanmış ArOP grubunda bağlanma dayanım ortalama değeri (6.99 MPa), tüm gruplar içerisinde beklenmedik bir şekilde düşük bulundu. Zhang ve ark.'nın⁹⁵ çalışmasında PEEK yüzeyinin düşük basınçlı Ar, O_2 ve N_2 plazmaları ile primersiz işlenmesi sonucunda Ar plazması en yüksek (1.26 MPa), O_2 plazması orta (1.11 MPa), N_2 plazması ise en düşük (0.96 MPa) bağlanma değerleri sergilemiştir. Araştırmacılar genel oksijen içeriği, C–O grubunun yoğunluğu ve polarize yüzey enerjisinin materyaller arasındaki bağlanma dayanımını olumlu, bunun aksine, C=O grubunun ise bağlanma dayanımını olumsuz etkilediğini bildirmişlerdir. Bunları göz önünde bulundurursak, çalışmamızdaki Ar/ O_2 plazmasının neden düşük ortalama bağlanma dayanım değeri oluşturduğuna yanıt verebiliriz. Yüzey bağlanma dayanımını olumlu veya olumsuz etkileyen farklı oksijen grupları meydana gelebileceğinden, O_2 plazması toplamda bağlanma dayanımını yükseltmeyebilir ya da yetersiz yükseltebilir. Çalışmamızda, içerisinde O_2 gazının da yer aldığı ArONP grubundaki ortalama bağlanma dayanım değeri (13.60 ± 2.99 MPa) gruplar arasında Ar plazmasından sonra ikinci en yüksek düzeyde olmuştur. Bunun nedeni, karışım plazmasındaki Ar gazının yüksek etkisi ile ilgili olduğu düşünülmektedir. Çalışmamızda, Zhang ve ark.'nın⁹⁵ çalışmasından farklı olarak, Visio.link uygulanan ve N_2 plazması uygulanmış ArNP grubunun (11.55 ± 3.70 MPa) oksijenin dahil olduğu ArOP grubundan (6.99 ± 1.64 MPa) daha yüksek bağlanma dayanım değeri göstermiştir. Bunun nedeni diğer çalışmadaki plazma gruplarında %100 O_2 ve %100 N_2 kullanılmasından kaynaklanabilir.

Kimyasal bir atıl gaz (Ar) içeren plazma, PEEK yüzeyinde bağlanma dayanımını arttıran aktif kimyasal gruplar oluşturmayabilir. PEEK yüzeyine uygulanan diğer bir atıl gaz içeren He atmosferik plazmanın kompozit kaplama ile bağlanma dayanımına olumlu bir etkisi bulunmamıştır.^{4, 124} Buna rağmen, çalışmamızda Zhang ve ark.'nın⁹⁵ yaptığı çalışmaya benzer şekilde Visio.link uygulanan %100 Ar plazma kullanılan ArP grubu, ArOP ve ArNP gruplarından daha yüksek bağlanma dayanım değeri (13.86 ± 4.04 MPa) gösterdi.

Atmosferik atıl gaz plazmasının (Ar gibi) işlevselliği, genellikle plazma bombardımanı sonrasında polimer yüzeyindeki serbest radikallerin atmosferik oksijenle reaksiyonu ile ilişkilendirilmiştir.^{95, 112, 115} Yavirach ve ark.¹²⁰ polimer dental postlara düşük basınçlı Ar plazma uyguladıktan sonra, bağlanma dayanımının kontrol grubuna göre önemli ölçüde arttığını göstermişlerdir. Genelde plazmanın; iyonlar, elektronlar, serbest radikaller ve kısa dalgalı mor ötesi (UV) aralıktaki fotonlar dahil olmak üzere enerji türlerinden oluştuğu bilinmektedir. Plazma enerjisi, bu enerji türleri tarafından onlara temas eden katı yüzeylere aktarılır.¹²⁵ Atıl gaz (He, Ar) plazma işlemleri, iyon bombardımanı ve mor ötesi (UV) radyasyon yoluyla polimer yüzeyinde serbest radikal oluşumuna neden olabilir. Bu serbest radikaller, polimerin diğer yüzey radikalleriyle zincir transfer reaksiyonlarına girerek, serbest radikallerin sayısını ve yüzey enerjisini arttırabilir. Bağlanma dayanım değerlerinde önemli derecede yükselme gözlenir. Bu yükseliş, Yavirach ve ark.'nın¹²⁰ araştırmasında materyaller arasındaki mikromekanik kilitlenme yerine kimyasal etkileşimlerin sonucunda oluşmuştur. Plazma uygulamaları sonrasında incelenen dental polimer postlarda ortalama yüzey pürüzlülüğü değerleri değişmemiştir. Çalışmamızda da düşük basınçlı Ar plazmasının yüksek bağlanma dayanımını etkilemesinin nedeni, iyon bombardımanı ve mor ötesi fotonlar aracılığıyla

PEEK yüzeyinde serbest kimyasal radikaller oluşturulması ve yüzey enerjisinin artırılması olabilir.

Younis ve ark.¹³ farklı gaz plazmaları ile yüzey işlemlerinin PEEK materyali ile kaplama kompozit arasındaki bağlanma dayanımına etkisini incelemişlerdir. Doldurucusuz PEEK örneklere yüzey işlemleri (adeziv primer, Ar, N₂, O₂ ve hava plazması) uygulanmıştır. N₂ plazması uygulanmış grupta bağlanma dayanım değeri (10.04±1.84 MPa) yüksek olmuştur. Bu değeri Ar plazma grubu (9.56±1.35 MPa) takip etmiştir. Çalışmamızda %100 Ar plazması uygulanan ArP grubunda (13.86±4.04 MPa) ve %50 Ar+%50 N₂ plazması kullanılan ArNP grubun değeri (11.55±3.70 MPa) bu çalışmanın bağlanma dayanım değerlerinden yüksektir. Bağlanma dayanımını azaltan yaşlandırma prosedürünün kullanılması, çalışmamızda ise kullanılmaması ile ilişkilendirebiliriz. Zhou ve ark.¹¹⁴ bağlanma dayanımının farklı yaşlandırma prosedürü uygulandıktan sonra azaldığını bildirmişlerdir.

Akkan ve ark.¹⁰⁵ çalışmasında farklı yüzey işlemlerinin (Nd-YAG lazer, Ar/O₂ plazma ve Nd-YAG lazer+Ar/O₂ plazma) PEEK örnek yüzeylerinde oluşturduğu topografik değişikliklerle, bu işlemlerin yüzey pürüzlülüğü ve temas açısı üzerindeki etkilerini değerlendirmişlerdir. Ancak bu çalışmada PEEK materyali ile kaplama kompozit arasındaki bağlanma dayanımı değerlendirilmemiştir.

Stawarczyk ve ark.^{4,5} çalışmasında He plazması ile yüzey işleminin PEEK ile kaplama kompozit arasında bağlanma dayanımına etkisi incelenmiştir. He plazmasının PEEK materyali ile kaplama kompozit arasındaki bağlanma dayanımını etkilemediği ve MMA içerikli primerin kullanılmasından kaynaklandığı gösterilmiştir. Bu durumun, He plazmasının yeterli sayıda fonksiyonel grup oluşturmadığından ve kimyasal bağlantı gerçekleştirmediğinden kaynaklanabileceği bildirilmiştir. Kullanılan plazma gaz türünün ve kullanılan PEEK materyalinin bağlanma dayanımına etkisi olabileceği gösterilmiştir.

Çalışmamızda Ar plazması uygulanan grup en fazla bağlanma dayanım değeri göstermesi ile birlikte, aynı şekilde kullandığımız diğer plazmaların da bağlanma dayanımını arttırdığı gözlemlenmiştir. Çalışmamızın sonuçlarının bu çalışma sonucundan farklı olması plazma yüzey işlemi için farklı gaz plazmalarının (Ar, O₂, N₂) tercih edilmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Zhang ve ark.'nın⁹⁵ çalışmasında PEEK materyali ile kaplama kompozit arasında bağlanma dayanımı değerlendirildiğinde, bağlanmanın kullanılan plazma gazların türlerine ve uygulanma süresine bağlı olduğu gösterilmiştir.

Çalışmamızda PEEK örneklerin yüzey morfolojisinin ve topografisinin değerlendirilmesi için SEM analizi yapıldı. SEM incelemelerinde en fazla düzensiz yüzey yapısı ArONP grubunda (Şekil 4.6), daha pürüzsüz bir yüzey ise C-Kontrol grubunda görüldü (Şekil 4.7). Diğer grupların SEM görüntüleri arasında belirgin bir fark bulunamadı (Şekil 4.3-4.5).

Zhou ve ark.⁸⁰ farklı yüzey işlemleri uygulayarak PEEK materyali ile kompozit kaplama arasındaki bağlanma dayanımını araştıran çalışmada, bazı SEM görüntüleri çalışmamızla benzer sonuçlar göstermiştir. Ar plazma ile işlenmiş PEEK yüzeylerde pürüzlülüğün arttığı, fazla sayıda oluk ve çatlak oluştuğu görülmüştür. Bu boşluklara rezinin girmesi ile mekanik retansiyonun olumlu etkilendiği düşünülmektedir.

Zhang ve ark.'nın⁹⁵ 4 dk Ar, N₂ ve O₂ plazma yüzey işlemleri uygulandığında kompozit kaplama ile PEEK materyali arasında bağlanma dayanımını araştıran çalışmasında çalışmamıza benzer SEM görüntüleri görülmüştür. Ar plazması uygulanmış PEEK örneğin SEM görüntüsünde kontrol grubu ile kıyaslandığında küçük boşluklar gözlemlenmiştir. N₂ plazması uygulanmış örneklerde daha belirgin küçük boşluklar ve çukurlar görülmüştür. O₂ plazması grubunda ise tüm yüzeyde belirgin düğümler görülmüştür. Bu da serbest radikallerden oluşan çapraz bağlama ile ilişkilendirilmiştir. Çalışmamızda ArOP grubunda SEM analizi görüntülerinde benzer çalışmaya⁹⁵ uygun

belirgin sayıda küçük çizikler ve düğümler gözlenmiştir. ArNP ve ArONP grubunun incelemelerinde tüm yüzey morfolojisinde çukurlar etrafında bulunan fazla sayıda mikrotepecikler izlenmiştir.

Hassan ve ark.'nın³⁰ PEEK dental implantlara N₂ plazmasının biyomekanik etkisini araştıran çalışmasında SEM incelemesi bulguları çalışmamıza benzer olmuştur. N₂ plazması uygulanmış örneklerde kontrol grubu ile kıyaslandığında belirgin ince fissürler izlenmiş, bu mikro yapıdaki düzensizliklerin osseointegrasyona katkı sağlayacağı düşünülmüştür.³⁰

Çalışmamızdan farklı olarak, Akkan ve ark.'nın¹⁰⁵ çalışmasında PEEK yüzeyine Ar/O₂ plazma karışımı ve lazer uygulandığı gruplarda kontrol grubundan farklı olarak SEM görüntülerinde rastgele yayılmış fiber şekilli görünüm izlenmiştir. Bunun, (PEEK yüzeyinin ince fiber şekilli görüntüsünün) yüksek güç kaynağından (250-300 W) veya uzun süre (1 saat) ile plazma uygulanmasından kaynaklandığı düşünülebilir. Bu sonuçlara göre farklı çalışmalarda farklı SEM görüntülerinin oluşması, plazma uygulamasının gücü ve süresine bağlı olduğunu söyleyebiliriz.

Çalışmamızda PEEK örneklerin yüzey pürüzlülüğünün rakamsal olarak değerlendirilmesi için AFM analizi yapıldı. AFM analizinde ayrı ayrı plazma uygulamalarının PEEK yüzey pürüzlülüğüne etkisi sonucunda farklı rakamsal değerler (Tablo 4.4) elde edildi ve plazma gruplarının kontrol grubuna göre PEEK yüzey pürüzlülüğünü arttırdığı görüldü. AFM analizinde pürüzlülüğün azalmasına göre sıralanması ArNP>ArONP>ArP>ArOP>C şeklindedir. 4 µm boyutlu görüntüde en yüksek yüzey pürüzlülük değeri ArNP grubunda 29.1 nm, ArONP grubunda 14.9 nm, ArP grubunda 14.6 nm, ArOP grubunda 13.1 nm ve C-Kontrol grubunda ise 10.8 nm olarak bulunmuştur.

Zhou ve ark.¹¹⁴ farklı yüzey işlemlerinin (kumlama, Ar plazma, femtosaniye lazer) ve termal yaşlandırma prosedürünün PEEK materyalinin bağlanma dayanımına etkisini araştıran çalışmada yüzey pürüzlülüğünü değerlendirmek için AFM analizi yapılmıştır. Sadece cilalanmış kontrol grubunda ince çatlaklar, en fazla pürüzlülük oluşmuş kumlama uygulanmış yüzeyde materyalin temelinde kısmen gömülü yüzey etrafında oluşan yükseklikler, kumlama grubundan sonra en fazla pürüzlülüğü olan plazma uygulanmış grupta tepe şekilli görüntüler, lazer uygulanmış grupta ise mikrokrater şekilli noktalar görülmüştür. En yüksek bağlanma dayanım değerleri ise plazma uygulanmış grupta bulunmuştur. Küçük düzenli yapıda olan plazma grubundan farklı olarak kumlamada daha büyük ölçülü yapılar oluşmuştur. Çalışmamızda AFM analiz sonuçları, benzer çalışmadan farklı olarak rakamlarla belirtildiğinden rakamsal kıyaslama yapılamadı. Ancak ArP grubunda bu çalışmaya benzer şekilde tepelikler görülmüştür. Bu çalışmada¹¹⁴ uygulanmış kumlamanın yüzey pürüzlülük değerlerine etkisinin çok olduğu söylenebilir. Schwitalla ve ark.¹², plazmanın yüzey pürüzlülüğünde azalmaya neden olurken, kumlama ile birlikte kullanıldığında daha da pürüzlülüğü arttırdığını bildirmişlerdir. Bu durumun plazmanın termal etkisinden, özellikle yüzeydeki belirgin yüksekliklerin daha fazla aşındırması sonucu daha pürüzsüz bir yüzey oluşturmasından kaynaklandığı gösterilmiştir. PEEK yüzeyine kumlanmanın kimyasal etkisi kolayca değerlendirilemez. Ancak oksitlenmiş Al ve azalmış O ve C elementlerinin varlığı doğrulanabilir.^{12, 87}

Akkan ve ark.'nın¹⁰⁵ çalışmada PEEK yüzeyine Ar/O₂ plazması ve Nd YAG lazeri uygulanarak ıslanabilirlik değerlendirilmiştir. Bu çalışmada AFM analizi sonucu en yüksek yüzey pürüzlülük değeri plazma ve Nd YAG lazerin birlikte uygulandığı grupta (1.065 µm), daha sonra plazma grubu (1.053 µm), kontrol grubu (0.100 µm) ve en az yüzey pürüzlülük değeri ise Nd YAG lazer grubunda (0.736 µm) tespit edilmiştir. Farklı

olarak çalışmamızda Ar ve O₂'nin birlikte kullanıldığı ArOP grubundaki yüzey pürüzlülük değeri, kontrol grubu dahil, tüm gruplar arasında en düşük değere sahiptir. Benzer çalışmada¹⁰⁵ Ar/O₂ plazma grubundaki pürüzlülüğün kontrol grubundan fazla olmasını yüksek (250-300 W) güç kaynağı veya uzun (1 saat) süre ile plazma uygulanmasından kaynaklandığını söyleyebiliriz.

Bötel ve ark.'nın¹¹³ çalışmasında farklı PEEK materyalleri kumlamadan sonra üzerine farklı plazma yüzey işlemleri uygulanarak kompozit kaplama ile bağlanma dayanımı değerlendirilmiştir. Bu çalışmada yüzey pürüzlülük değerleri çalışmamızdan farklı sonuçlar vermiştir. Yüzey pürüzlülüğü çalışmamızdan farklı olarak profilometre ile değerlendirilmiştir. Plazma uygulandıktan önce ve sonra yüzey pürüzlülük değerlerinde önemli farklılıklar görülmemiştir. Bunun aksine plazma uygulandıktan sonra yüzey pürüzlülük değerinde azalma görüldüğünü belirtmişlerdir. Bu çalışmada çalışmamızdan farklı sonuçlar elde edilmesi, farklı PEEK örnekler kullanılmasına, yüzey işlemi öncesi kumlama yapılmasına ve farklı yüzey pürüzlülük değerlendirme yöntemlerine bağlı olduğunu söyleyebiliriz. Schwitalla ve ark.¹² plazmanın yüzey pürüzlülüğünü azalttığı, ancak kumlama ile birlikte uygulanması halinde PEEK'in yüzey pürüzlülüğünde anlamlı bir artışa neden olduğunu bildirmişlerdir.

Schwitalla ve ark.'nın¹² çalışmasında, PEEK yüzeyine farklı yüzey işlemleri (kumlama, Ar/O₂ plazma ve bu iki işlem birlikte) uygulanarak bağlanma dayanımı değerlendirilmiştir. Çalışmada plazma uygulandıktan sonra plazma grubunun yüzey pürüzlülüğü değeri kontrol grubundan daha düşük görülmüştür. Bu durumun, plazmanın termal etkisinden özellikle yüzeyde en belirgin tepeciklerde fazla aşınma sonucu daha pürüzsüz bir yüzey oluşturmasından kaynaklandığı bildirilmiştir. Çalışmamızda Ar/O₂ plazma uygulanmış ArOP grubunda yüzey pürüzlülük değeri düşük olsa bile, kontrol grubundan yüksek olmuştur. Bunu çalışmamızdan (13.56 MHz ve 20 W) farklı olarak,

benzer çalışmada daha yüksek (100 kHz ve 200 W) RF gücünde plazma kullanılmasından kaynaklandığı düşünülebilir.

Yavirach ve ark.¹²⁰ O₂ plazması, Ar plazması, N₂ plazması ve N₂/He karışımli plazmanın metakrilat ve epoksi rezin bazlı iki dental post ile metakrilat esaslı bir kompozit materyali arasındaki bağlanma dayanımına etkisini araştırdığı çalışmada, profilometre incelemesi sonucu bu plazma uygulamalarının post materyallerinin yüzey pürüzlülüğüne etkisinin olmadığı gösterilmiştir.

Başka çalışmalarda ise plazmanın kontrol grubuna göre yüzey pürüzlülüğünü sınırlı olarak arttırdığı bildirilmiştir.^{105, 115, 122} Akkan ve ark.¹⁰⁵ Ar/O₂ gaz karışımli plazma uygulanan ve kontrol örneklerin yüzey pürüzlülükleri arasındaki farkın, plazmanın yüksek güç kaynağı veya uzun süre uygulanmasından kaynaklandığını belirtmişlerdir.

Çalışmamızda yüzey ıslanabilirliğini değerlendirmek için dört farklı sıvı (diiodometan, etilen glikol, formamid ve su) kullanılarak temas açısı değerlendirilmiştir. En düşük temas açısı değeri ArONP grubunda (diiodometan ile temas açısı 25.20°), en yüksek temas açısı değeri ise ArP grubunda (su ile temas açısı 78.13°) görülmüştür. Su temas açısı ArONP grubunda 46.08°, ArNP grubunda 60.87°, ArOP grubunda 61.45°, C grubunda 69.19° ve ArP grubunda ise en yüksek 78.13° olmuştur. Diiodometan ile temas açısı ArONP grubunda 25.20°, C grubunda 25.49°, ArOP grubunda 30.96°, ArP grubunda 30.96° ve ArNP grubunda 31.23° olmuştur. Etilen glikol ile temas açısı ArNP grubunda 39.04°, ArP grubunda 39.79°, ArONP grubunda 42.53°, ArOP grubunda 44.44° ve C grubunda 56.51° olmuştur. Formamid ile temas açısı ArONP grubunda 28.13°, ArOP grubunda 33.10°, ArNP grubunda 45.39°, C grubunda 50.42° ve ArP grubunda 52.83° olmuştur (Tablo 4.6).

Zhang ve ark.'nın⁹⁵ çalışmasında Ar, O₂, N₂ plazmaları uygulanmış PEEK yüzeylerin su ile temas açısı değerlendirilmiştir. Yüzey işlemleri uygulanmamış kontrol grubunda PEEK yüzeylerin temas açısı 90°, 4 dk Ar plazma uygulanmış grupta çalışmamızdan farklı olarak (ArP grubunda 78.13°) temas açısı azalarak 60-65° olmuştur. Bu çalışmada Ar plazma uygulanmış örneklerin su temas açısı N₂ ve O₂ plazma uygulanmış örneklerden daha düşük olmuştur. Çalışmamızda ise ArONP grubunda daha düşük (46.08°) su temas açısı görülmüştür. Bu farkın çalışmamızda daha fazla sürede (35 dk) plazma uygulanması ile ilişkili olduğunu söyleyebiliriz. Benzer sonuçlar, su temas açısının Ar plazmasının uygulanma zamanına bağlı olduğu Kim ve ark.¹²⁶ tarafından da gösterilmiştir.

Akkan ve ark.¹⁰⁵ çalışmasında, Ar/O₂ plazma ve Nd YAG lazer yüzey işlemleri uygulandıktan sonra PEEK yüzeyinin su temas açısını değerlendirmişlerdir. Plazma ve lazer birlikte uygulanmış grupta su temas açısının küçülmesi gerekliyen yükselerek ıslanabilirliğin azaldığı gösterilmiştir. Çalışmamızın ArOP grubunda su temas açısı 61.45° olduğundan bu değerler benzer çalışmanın sonuçları ile benzerlik göstermiştir, Ar/O₂ plazması uygulanmış grupta en düşük (<60°) su temas açısı ultra-hidrofilik özellik, plazma+lazer uygulanmış grupta ise hidrofobik özelliğin fazla olduğu görülmüştür. Akkan ve ark.¹⁰⁵ bunun nedenini plazma uygulanmasında nano-, lazer uygulanmasında ise mikro gözenekler oluşması ile ilişkili olduğunu bildirmişlerdir. Bu uygulamaların kombinasyonu hem nano-, hem de mikro gözenekler içeren yüzeylere neden olmuştur. Plazma işleminden farklı olarak, Nd:YAG lazer uygulanmış doldurucusuz PEEK yüzeyinde fonksiyonel oksijen gruplarında belirgin bir fark görülmemiştir.¹⁰⁵

Schwitalla ve ark.'nın¹² farklı yüzey işlemlerinin (Ar/O₂ plazma ,kumlama, ve plazma/kumlama birlikte) PEEK materyali ile kompozit kaplama arasında bağlanma dayanımına etkisini araştıran çalışmasında, en düşük temas açısı değerleri plazma

uygulanmış grupta olmuştur. Plazma uygulanması, temas açısını azaltarak ıslanabilirliği arttırmıştır. Çalışmamızda benzer olarak ArOP grubunda kontrol grubundan daha düşük temas açısı değerleri göstermiştir.

Hassan ve ark.'nın³⁰ N₂ plazmasının PEEK diş implantlarının biyomekanik özelliklerine etkisini araştıran çalışmasında, N₂ plazma ile yüzey işlemi yapıldıktan sonra su temas açısının azalması ve yüzeyin hidrofobik özellikten hidrofilik özelliğe dönüşmesi görülmüştür. N₂ plazma ile polimer yüzeyinin aktif hale gelmesi, yüzeyin pürüzlülüğünü artırır ve polar gruplar oluşturarak hidrofilik olmasına neden olur. Çalışmamıza benzer şekilde N₂ kullanılmış ArNP ve ArONP grupları kontrol grubundan daha düşük temas açısı değerleri göstermiştir.

Birçok çalışmada bağlanma dayanımı, yüzey pürüzlülüğü ve su temas açısı arasında anlamlı bir ilişki bulunmamıştır.^{1, 12, 107} Bazı çalışmalarda sülfürik asit uygulamasından sonra düşük yüzey pürüzlülük değerlerine rağmen, en yüksek bağlanma dayanımı değerlerine ulaşılmıştır.¹⁻⁶ Bunun nedeni, sülfürik asitin PEEK yüzeyinde bağlanmayı olumlu etkileyen kimyasal fonksiyonel gruplar oluşturması ile ilişkilendirilebilir.^{14, 87} Çulhaoğlu ve ark.¹ PEEK yüzeyleri için en yüksek ortalama yüzey pürüzlülüğü değerlerini, sırasıyla iterbiyum lazer, kumlama ve sülfürik asit gruplarında elde etmiştir. İterbiyum lazer işleminden sonra yüksek temas açısı değerleri ile birlikte, yüksek bağlanma dayanımı değerleri de tespit edilmiştir. Bağlanma dayanımı, yüzey pürüzlülüğü ve temas açısı ilişkilerini inceleyen araştırmacılar bunun daha çok yüzey kimyasından kaynaklandığını ileri sürmektedir. Örneğin, Williams ve ark.¹⁰⁷ bağlanma dayanımının, yüzey pürüzlülüğü veya su temas açısı ile değil, yüzey alanlarındaki oksitlenmiş aktif fonksiyonel gruplar ile ilgili olduğunu belirlemişlerdir. Schwitalla ve ark.¹² Ar ve O₂ karışımli plazma işleminden sonra makaslama bağlanma dayanımının yükselmesini, PEEK yüzeyinde fonksiyonel grupların ve serbest yüzey enerjisinin

artmasından ve kimyasal bağlanma oluşmasından kaynaklandığını bildirmişlerdir. Çünkü plazma uygulaması sonucunda, tüm PEEK örneklerin yüzey pürüzlülüğü azalmıştır. Çalışmamızda da ayrı ayrı plazma gruplarındaki bağlanma dayanımı ve yüzey pürüzlülük değerleri arasında güçlü bir pozitif ilişki bulunmamıştır (Tablo 4.5). Tüm plazma gruplarında yüzey pürüzlülük değerleri C-Kontrol grubundan daha yüksek olmuştur. Aynı zamanda, plazma gruplarında bağlanma dayanımı ortalamaları da, ArOP grubu dışında, C grubundan yüksek olmuştur. Plazma gruplarının bağlanma dayanım ortalamaları sıralaması, yüzey pürüzlülük ortalamaları sıralamasından farklı olmuştur. Bağlanma dayanımı ve farklı solüsyonların (diiodometan, etilen glikol, formamid, su) temas açıları değerleri arasındaki karşılaştırmalar sonucunda da anlamlı bir ilişki bulunamadı (Tablo 4.7-4.10).

Bazı çalışmalarda,^{29, 30, 40} PEEK'in hidrofobik yüzeye (su temas açısı $>80-90^\circ$) sahip olması gösterilse de, çalışmamızdaki PEEK örnekler hidrofilik özellik sergiledi. Su temas açısı kontrol grubunda 69.19° iken; Ar plazma (ArP) grubunda 78.13° ile en yüksek değer olarak bulundu (Tablo 4.6). Aynı zamanda, temas açısı ve yüzey pürüzlülük değerlerine göre grup sıralamalarının karşılaştırılmasında da bir ilişki bulunamadı (Tablo 4.11-4.14). Bunun nedeni temas açısının (ıslanabilirliğin) sadece yüzey pürüzlülüğünden değil, yüzey kimyasından da etkilenebilmesi¹²² olabilir. Ancak 'yüzey kimyası' kelimesi sadece katı yüzeyi değil; sıvı yüzeylerini de kapsamalıdır. Çünkü çalışmamızda çeşitli plazma uygulamalarının PEEK'in katı yüzeyinde farklı kimyasal aktif gruplar oluşturmasının yanı sıra, temas açısının incelenmesinde bu yüzeyler dört farklı kimyasal sıvıyla (diiodometan, etilen glikol, formamid ve su) etkileşimde olmuştur. İncelemeler sonucunda bu sıvıların temas açıları aynı plazma grupları için farklı değerler sergilemiştir. Tüm bu kimyasal etkileşimlerden dolayı PEEK yüzey pürüzlülüğü ve ıslanabilirliği arasında doğru pozitif ilişkiler elde edilememiştir.

Zhou ve ark.'nın¹¹⁴ farklı yüzey işlemleri (kumlama, Ar plazma, femtosaniye lazer) ve termal yaşlandırma uygulandıktan sonra PEEK örneklerin kompozit kaplama ile bağlanma dayanımını ölçtükleri çalışmalarında, farklı termal yaşlandırma uygulandıktan sonra bağlanma dayanımının azaldığını bildirmişlerdir. Bu nedenle çalışmamızda termal yaşlandırma prosedürü uygulanmamıştır.

Gıda tüketimi ve solunum nedeniyle meydana gelen ağız içi termal değişikliklerin, incelenen materyallerin bağlanma dayanımı üzerinde önemli etkisi vardır. Şimdiye kadar in vivo koşulları tam olarak taklit etmek için sistematik bir standart prosedür olmasa da, in vitro termal yaşlandırma prosedürü tüm örneklerle belirli bir standartta tekrarlanabilir bir etki sağlar.⁵ İn vivo koşullarda olduğu gibi termal yaşlandırma yöntemlerinin de PEEK ile kaplama kompozit arasındaki bağlanma dayanımını azalttığı görülmüştür.¹¹⁴ Gruplarda termal yaşlandırma prosedürü uygulanmaması bu çalışmanın kısıtlamaları dahilindedir. Bununla birlikte, termal yaşlandırma prosedürü kullanılmamasına rağmen, tüm gruplarda benzer deneysel koşulların oluşturulması, farklı çeşit plazmaların PEEK/kompozit bağlantısına etkilerinin karşılaştırılmasına olanak sağlamıştır.

Çalışmamızın kısıtlamaları dahilinde aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

6. SONUÇLAR

- AFM ve SEM analizleri sonucunda Ar, N₂ ve O₂ plazma uygulamalarının PEEK yüzeyinde, kontrol grubuna kıyasla daha pürüzlü yüzey morfolojisi oluşturduğu görülmüştür. AFM analizi sonucu, en fazla yüzey pürüzlülük değeri %50 Ar ve %50 N₂ plazması kullanılmış ArNP grubunda (29.1 nm) görülmüştür.

- Ar plazmasının tek (%100), ya da Ar+O₂+N₂ plazmaları ile birlikte uygulanması PEEK materyali ile kompozit kaplama arasında bağlanma dayanımını arttırdığı görülmüştür. En yüksek bağlanma dayanımı ArP grubunda (13.860 MPa) görülmüştür.

- Yüzey ıslanabilirliğini değerlendirmek için kullanılan farklı solüsyonlar (diiodometan, etilen glikol, formamid ve su) ile en düşük temas açısı değerleri ArONP grubunda görülmüştür.

- Primer (Visio.link) kullanılmayan tüm alt gruplarda makaslama bağlanma dayanımının ortalama değerleri (1.13-2.99 MPa) ISO 10477 standartlarının (>5Mpa) altında kaldığından, kaplama kompozitler primer olmaksızın PEEK altyapıya uygulanmamalıdır.

KAYNAKLAR

1. Çulhaoğlu AK, Özkır SE, Şahin V, Yılmaz B, Kılıçarslan MA. Effect of Various Treatment Modalities on Surface Characteristics and Shear Bond Strengths of Polyetheretherketone-Based Core Materials. *J. Prosthodont. Res* 2020.
2. Stawarczyk B, Jordan P, Schmidlin PR, Roos M, Eichberger M, Gernet W, Keul C. PEEK surface treatment effects on tensile bond strength to veneering resins. *J. Prosthodont. Res* 2014;112(5):1278-88.
3. Ergün G, Şahin Z. Konvansiyonel ve İmplant Üstü Protezlerde Kullanılan Kaide Materyallerinde Güncel Gelişmeler. *Türkiye Klinikleri J Prosthodont-Special Topics* 2016;2(3):35-44.
4. Stawarczyk B, Bähr N, Beuer F, Wimmer T, Eichberger M, Gernet W, Jahn D, Schmidlin P. Influence of plasma pretreatment on shear bond strength of self-adhesive resin cements to polyetheretherketone. *Clin. Oral Investig* 2014;18(1):163-70.
5. Stawarczyk B, Keul C, Beuer F, Roos M, Schmidlin PR. Tensile bond strength of veneering resins to PEEK: impact of different adhesives. *Dent. Mater. J* 2013;32(3):441-48.
6. Razzaque A, Dhaded S. An Insight into a Novel Material: PEEK. *Research and Review in Prosthodontative Dentistry* 2016;1(1).
7. Chaijareenont P, Prakhamsai S, Silthampitag P, Takahashi H, Arksornnukit M. Effects of different sulfuric acid etching concentrations on PEEK surface bonding to resin composite. *Dent. Mater. J* 2018;37(3):385-92.
8. Kurtz SM, Devine JN. PEEK biomaterials in trauma, orthopedic, and spinal implants. *Biomaterials* 2007;28(32):4845-69.

9. Toth JM, Wang M, Estes BT, Scifert JL, Seim III HB, Turner AS. Polyetheretherketone as a biomaterial for spinal applications. *Biomaterials* 2006;27(3):324-34.
10. Suchenski M, McCarthy MB, Chowaniec D, Hansen D, McKinnon W, Apostolakos J, Arciero R, Mazzocca AD. Material properties and composition of soft-tissue fixation. *Arthroscopy* 2010;26(6):821-31.
11. Noiset O, Schneider Y-J, Marchand-Brynaert J. Fibronectin adsorption or/and covalent grafting on chemically modified PEEK film surfaces. *J. Biomater. Sci. Polym. Ed* 1999;10(6):657-77.
12. Schwitalla AD, Bötzel F, Zimmermann T, Sütel M, Müller W-D. The impact of argon/oxygen low-pressure plasma on shear bond strength between a veneering composite and different PEEK materials. *Dent. Mater. J* 2017;33(9):990-94.
13. Younis M, Unkovskiy A, ElAyouti A, Geis-Gerstorfer J, Spintzyk S. The Effect of Various Plasma Gases on the Shear Bond Strength between Unfilled Polyetheretherketone (PEEK) and Veneering Composite Following Artificial Aging. *Mater. Lett.* 2019;12(9):1447.
14. Keul C, Liebermann A, Schmidlin PR, Roos M, Sener B, Stawarczyk B. Influence of PEEK surface modification on surface properties and bond strength to veneering resin composites. *J Adhes Dent* 2014;16(4):383-92.
15. Caglar I, Ates SM, Yesil Duymus Z. An in vitro evaluation of the effect of various adhesives and surface treatments on bond strength of resin cement to polyetheretherketone. *J. Prosthodont* 2018.
16. Stawarczyk B, Taufall S, Roos M, Schmidlin PR, Lümkeemann N. Bonding of composite resins to PEEK: the influence of adhesive systems and air-abrasion parameters. *Clin. Oral Investig* 2018;22(2):763-71.

17. Oliveira V, Sharma S, De Moura M, Moreira R, Vilar R. Surface treatment of CFRP composites using femtosecond laser radiation. *Opt Laser Eng* 2017;94:37-43.
18. Rocha RFV, Anami LC, Campos TMB, Melo RMd, Souza ROdA, Bottino MA. Bonding of the polymer polyetheretherketone (PEEK) to human dentin: effect of surface treatments. *Braz. Dent. J* 2016;27(6):693-99.
19. Dupuis A, Ho TH, Fahs A, Lafabrier A, Louarn G, Bacharouche J, Airoudj A, Aragon E, Chailan J-F. Improving adhesion of powder coating on PEEK composite: Influence of atmospheric plasma parameters. *Appl. Surf. Sci* 2015;357:1196-204.
20. Ierardo G, Luzzi V, Lesti M, Voza I, Brugnoletti O, Polimeni A, Bossù M. Peek polymer in orthodontics: A pilot study on children. *J. Clin. Exp. Dent* 2017;9(10):1271.
21. Skirbutis G, Dzingutė A, Masiliūnaitė V, Šulcaitė G, Žilinskas J. PEEK polymer's properties and its use in prosthodontics. A review. *Stomatologija* 2018;20(2):54-58.
22. Najeeb S, Zafar MS, Khurshid Z, Siddiqui F. Applications of polyetheretherketone (PEEK) in oral implantology and prosthodontics. *J. Prosthodont* 2016;60(1):12-19.
23. Kumar D, Rajmohan T, Venkatachalapathi S. Wear behavior of PEEK matrix composites: a review. *Materials Today: Proceedings* 2018;5(6):14583-89.
24. Kalayci E, Avinç O, Yavaş A. Polieter Eter Keton (Peek) Lifleri. *Cumhuriyet Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fen Bilimleri Dergisi* 2017;38(2):168-86.
25. Tekin S, Cangül S, Adıgüzel Ö, Değer Y. Areas for use of PEEK material in dentistry. *Int. Dent. Res* 2018;8(2):84-92.
26. Skirbutis G, Dzingutė A, Masiliūnaitė V, Šulcaitė G, Žilinskas J. A review of PEEK polymer's properties and its use in prosthodontics. *Stomatologija* 2017;19(1):19-23.

27. Benli M, Gümüş BE, Kahraman Y, Huck O, Özcan M. Surface characterization and bonding properties of milled polyetheretherketone dental posts. *Odontology* 2020;1-11.
28. Liebermann A, Wimmer T, Schmidlin PR, Scherer H, Löffler P, Roos M, Stawarczyk B. Physicomechanical characterization of polyetheretherketone and current esthetic dental CAD/CAM polymers after aging in different storage media. *J Prosthet Dent* 2016;115(3):321-28. 2.
29. Nieminen T, Kallela I, Wuolijoki E, Kainulainen H, Hiidenheimo I, Rantala I. Amorphous and crystalline polyetheretherketone: Mechanical properties and tissue reactions during a 3-year follow-up. *J Biomed Mater Res A* 2008;84(2):377-83.
30. Hassan AH, Al-Judy HJ, Fatalla AA. Biomechanical Effect of Nitrogen Plasma Treatment of Polyetheretherketone Dental Implant in Comparison to Commercially Pure Titanium. *JRMDS* 2018;6(2):367-77.
31. Barkarmo S, Wennerberg A, Hoffman M, Kjellin P, Breiding K, Handa P, Stenport V. Nano-hydroxyapatite-coated PEEK implants: A pilot study in rabbit bone. *JRMDS* 2013;101(2):465-71.
32. Li Q, Zhang Y, Wang D, Wang H, He G. Porous polyether ether ketone: A candidate for hard tissue implant materials. *Mater. Des* 2017;116171-75.
33. Cook S, Rust-Dawicki A. Preliminary evaluation of titanium-coated PEEK dental implants. *Oral Implantol* 1995;21(3):176-81.
34. Suska F, Omar O, Emanuelsson L, Taylor M, Gruner P, Kinbrum A, Hunt D, Hunt T, Taylor A, Palmquist A. Enhancement of CRF-PEEK osseointegration by plasma-sprayed hydroxyapatite: a rabbit model. *J. Biomater. Appl* 2014;29(2):234-42.

35. Nakahara I, Takao M, Goto T, Ohtsuki C, Hibino S, Sugano N. Interfacial shear strength of bioactive-coated carbon fiber reinforced polyetheretherketone after in vivo implantation. *J. Orthop* 2012;30(10):1618-25.
36. Schwitalla AD, Spintig T, Kallage I, Müller W-D. Flexural behavior of PEEK materials for dental application. *Dent. Mater. J* 2015;31(11):1377-84.
37. Pai SA, Kumari S, Umamaheswari B, Jyothi M, Lakshmi CS. Polyetheretherketone in prosthodontics—A review. *JCRI* 2019;6(1):24-26.
38. Katzer A, Marquardt H, Westendorf J, Wening J, Von Foerster G. Polyetheretherketone—cytotoxicity and mutagenicity in vitro. *Biomaterials* 2002;23(8):1749-59.
39. Wenz L, Merritt K, Brown S, Moet A, Steffee A. In vitro biocompatibility of polyetheretherketone and polysulfone composites. *J. Biomed. Mater. Res* 1990;24(2):207-15.
40. Kuroda K, Igarashi K, Kanetaka H, Okido M. Surface Modification of PEEK and Its Osteoconductivity and Anti-Inflammatory Properties. *JBNB* 2018;9(3):233-43.
41. Kurtz SM. PEEK biomaterials handbook. Baskı. William Andrew; 2019.
42. Tan K, Chua C, Leong K, Cheah C, Gui W, Tan W, Wiria F. Selective laser sintering of biocompatible polymers for applications in tissue engineering. *Biomed Mater Eng* 2005;15(1, 2):113-24.
43. Schmidt M, Pohle D, Rechtenwald T. Selective laser sintering of PEEK. *CIRP Ann Manuf Technol* 2007;56(1):205-08.
44. Deng X, Zeng Z, Peng B, Yan S, Ke W. Mechanical properties optimization of poly-ether-ether-ketone via fused deposition modeling. *Materials* 2018;11(2):216.
45. Knaus J, Schaffarczyk D, Cölfen H. On the Future Design of Bio-Inspired Polyetheretherketone Dental Implants. *Macromol. Biosci* 2020;20(1):1900239.

46. Guo Y, Chen S, Wang J, Lu B. Medical applications of polyether ether ketone. *Translational Surgery* 2018;3(1):12.
47. Li Y, Wang J, He D, Wu G, Chen L. Surface sulfonation and nitrification enhance the biological activity and osteogenesis of polyetheretherketone by forming an irregular nano-porous monolayer. *J Mater Sci Mater Med* 2020;31(1):1-12.
48. Leat M, Fisher J. A synthetic leaflet heart valve with improved opening characteristics. *Med Eng Phys* 1994;16(6):470-76.
49. Song X, Liu C, Chen T, Liu H. The Study of PEEK Composites as the Dental Implant Materials. *Simulation* 2017;5(1):5.
50. Schwitalla A, Müller W-D. PEEK dental implants: a review of the literature. *Oral Implantol* 2013;39(6):743-49.
51. Huiskes R, Ruimerman R, Van Lenthe GH, Janssen JD. Effects of mechanical forces on maintenance and adaptation of form in trabecular bone. *Nature* 2000;405(6787):704.
52. Lee WT, Koak JY, Lim YJ, Kim SK, Kwon HB, Kim MJ. Stress shielding and fatigue limits of poly-ether-ether-ketone dental implants. *J Biomed Mater Res B* 2012;100(4):1044-52.
53. Sarot JR, Contar CMM, Da Cruz ACC, de Souza Magini R. Evaluation of the stress distribution in CFR-PEEK dental implants by the three-dimensional finite element method. *J Mater Sci Mater Med* 2010;21(7):2079-85.
54. Koch F, Weng D, Krämer S, Biesterfeld S, Jahn-Eimermacher A, Wagner W. Osseointegration of one-piece zirconia implants compared with a titanium implant of identical design: a histomorphometric study in the dog. *Clin. Oral Implants Res* 2010;21(3):350-56.

55. Zhao M, An M, Wang Q, Liu X, Lai W, Zhao X, Wei S, Ji J. Quantitative proteomic analysis of human osteoblast-like MG-63 cells in response to bioinert implant material titanium and polyetheretherketone. *J. Proteom* 2012;75(12):3560-73.
56. Blatz MB, Bergler M, Holst S, Block MS. Zirconia abutments for single-tooth implants—rationale and clinical guidelines. *J. Oral Maxillofac* 2009;67(11):74-81.
57. Gomes A-L, Montero J. Zirconia implant abutments: a review. *Med Oral Patol Oral* 2011;16(1):50-55.
58. AL-Rabab'ah M, Hamadneh Wa, Alsalem I, Khraisat A, Abu Karaky A. Use of high performance polymers as dental implant abutments and frameworks: a case series report. *J Prosthodont* 2019.
59. Santing HJ, Meijer HJ, Raghoobar GM, Özcan M. Fracture strength and failure mode of maxillary implant-supported provisional single crowns: a comparison of composite resin crowns fabricated directly over PEEK abutments and solid titanium abutments. *Clin Implant Dent Relat Res* 2012;14(6):882-89.
60. Caballé-Serrano J, Chappuis V, Monje A, Buser D, Bosshardt DD. Soft tissue response to dental implant closure caps made of either polyetheretherketone (PEEK) or titanium. *Clin Oral Implants Res* 2019;30(8):808-16.
61. Koutouzis T, Richardson J, Lundgren T. Comparative soft and hard tissue responses to titanium and polymer healing abutments. *J Oral Implantol Title* 2011;37:174-82.
62. Maekawa M, Kanno Z, Wada T, Hongo T, Doi H, Hanawa T, Ono T, Uo M. Mechanical properties of orthodontic wires made of super engineering plastic. *Dent. Mater. J* 2015;34(1):114-19.
63. Behr M, Zeman F, Passauer T, Koller M, Hahnel S, Bueggers R, Lang R, Handel G, Kolbeck C. Clinical performance of cast clasp-retained removable partial dentures: a retrospective study. *Int J Prosthodont* 2012;25(2).

64. Zoidis P, Papathanasiou I, Polyzois G. The use of a modified poly-ether-etherketone (PEEK) as an alternative framework material for removable dental prostheses. A clinical report. *J Prosthodont* 2016;25(7):580-84.
65. Donovan TE, Cho GC. Esthetic considerations with removable partial dentures. *J Calif Dent Assoc* 2003;31(7):551-57.
66. Ito M, Wee AG, Miyamoto T, Kawai Y. The combination of a nylon and traditional partial removable dental prosthesis for improved esthetics: a clinical report. *J Prosthet Dent* 2013;109(1):5-8.
67. Arda T, Arikan A. An in vitro comparison of retentive force and deformation of acetal resin and cobalt-chromium clasps. *J Prosthet Dent* 2005;94(3):267-74.
68. Kurahashi K, Matsuda T, Ishida Y, Ichikawa T. Effect of Surface Treatments on Shear Bond Strength of Polyetheretherketone to Autopolymerizing Resin. *Int. J. Dent* 2019;7(3):82.
69. Kurahashi K, Matsuda T, Ishida Y, Ichikawa T. Effect of polishing protocols on the surface roughness of polyetheretherketone. *J. Oral Sci* 2020;62(1):40-42.
70. Heimer S, Schmidlin PR, Roos M, Stawarczyk B. Surface properties of polyetheretherketone after different laboratory and chairside polishing protocols. *J Prosthet Dent* 2017;117(3):419-25.
71. Tannous F, Steiner M, Shahin R, Kern M. Retentive forces and fatigue resistance of thermoplastic resin clasps. *Dent. Mater. J* 2012;28(3):273-78.
72. Whitty T. PEEK—A New Material for CAD/CAM Dentistry. *Juvora Dental Innovations* 2014.
73. Karunagaran S, Paprocki GJ, Wicks R, Markose S. A review of implant abutments-abutment classification to aid prosthetic selection. *J Tenn Dent Assoc* 2013;93(2):18-23; 23-4.

74. Stawarczyk B, Beuer F, Wimmer T, Jahn D, Sener B, Roos M, Schmidlin PR. Polyetheretherketone—a suitable material for fixed dental prostheses? *J. Biomed. Mater. Res* 2013;101(7):1209-16.
75. Zok F, Miserez A. Property maps for abrasion resistance of materials. *Acta Mater* 2007;55(18):6365-71.
76. Cavalli V, Giannini M, Carvalho RM. Effect of carbamide peroxide bleaching agents on tensile strength of human enamel. *Dent. Mater J* 2004;20(8):733-39.
77. Kruse A, Krüger G, Baalman A, Hennemann O-D. Surface pretreatment of plastics for adhesive bonding. *J Adhes Sci Technol* 1995;9(12):1611-21.
78. Kern M, Lehmann F. Influence of surface conditioning on bonding to polyetheretherketon (PEEK). *Dent. Mater. J* 2012;28(12):1280-83.
79. Stawarczyk B, Thrun H, Eichberger M, Roos M, Edelhoff D, Schweiger J, Schmidlin PR. Effect of different surface pretreatments and adhesives on the load-bearing capacity of veneered 3-unit PEEK FDPs. *J Prosthet Dent* 2015;114(5):666-73.
80. Zhou L, Qian Y, Zhu Y, Liu H, Gan K, Guo J. The effect of different surface treatments on the bond strength of PEEK composite materials. *Dent. Mater. J* 2014;30(8):209-15.
81. Rosentritt M, Preis V, Behr M, Sereno N, Kolbeck C. Shear bond strength between veneering composite and PEEK after different surface modifications. *Clin. Oral Investig* 2015;19(3):739-44.
82. Ourahmoune R, Salvia M, Mathia T, Mesrati N. Surface morphology and wettability of sandblasted PEEK and its composites. *Scanning* 2014;36(1):64-75.
83. Mattiello RDL, Coelho TMK, Insaurralde E, Coelho AAK, Terra GP, Kasuya AVB, Favarão IN, Gonçalves LdS, Fonseca RB. A review of surface treatment methods

- to improve the adhesive cementation of zirconia-based ceramics. *Biomaterials* 2013;2013.
84. Ebnesajjad S. *Handbook of adhesives and surface preparation: technology, applications and manufacturing*. Baskı. William Andrew; 2010.
 85. Sarac YS, Sarac D, Kulunk T, Kulunk S. The effect of chemical surface treatments of different denture base resins on the shear bond strength of denture repair. *J Prosthet Dent* 2005;94(3):259-66.
 86. Schmidlin PR, Stawarczyk B, Wieland M, Attin T, Hämmerle CH, Fischer J. Effect of different surface pre-treatments and luting materials on shear bond strength to PEEK. *Dent. Mater. J* 2010;26(6):553-59.
 87. Hallmann L, Mehl A, Sereno N, Hämmerle CH. The improvement of adhesive properties of PEEK through different pre-treatments. *Appl. Surf. Sci* 2012;258(18):7213-18.
 88. Riveiro A, Soto R, Comesaña R, Boutinguiza Md, Del Val J, Quintero F, Lusquiños F, Pou J. Laser surface modification of PEEK. *Appl. Surf. Sci* 2012;258(23):9437-42.
 89. Laurens P, Sadras B, Decobert F, Arefi-Khonsari F, Amouroux J. Enhancement of the adhesive bonding properties of PEEK by excimer laser treatment. *Int J Adhes Adhes* 1998;18(1):19-27.
 90. Limpert J, Höfer S, Liem A, Zellmer H, Tünnermann A, Knoke S, Voelckel H. 100-W average-power, high-energy nanosecond fiber amplifier. *Appl. Phys. B* 2002;75(4-5):477-79.
 91. Akan T. Maddenin 4. Hali Plazma ve Temel Özellikleri. *Elektronik Çağdaş Fizik Dergisi* 2006;4.

92. Henriques B, Fabris D, Mesquita-Guimarães J, Sousa AC, Hammes N, Souza JC, Silva FS, Fredel MC. Influence of laser structuring of PEEK, PEEK-GF30 and PEEK-CF30 surfaces on the shear bond strength to a resin cement. *J Mech Behav Biomed* 2018;84225-34.
93. Rochford E, Poulsson A, Varela JS, Lezuo P, Richards R, Moriarty T. Bacterial adhesion to orthopaedic implant materials and a novel oxygen plasma modified PEEK surface. *Colloids Surf. B* 2014;113213-22.
94. Ha S-W, Hauert R, Ernst K-H, Wintermantel E. Surface analysis of chemically-etched and plasma-treated polyetheretherketone (PEEK) for biomedical applications. *Surf. Coat. Techno* 1997;96(2-3):293-99.
95. Zhang S, Awaja F, James N, McKenzie DR, Ruys AJ. Autohesion of plasma treated semi-crystalline PEEK: Comparative study of argon, nitrogen and oxygen treatments. *Colloids Surf A* 2011;374(1-3):88-95.
96. Ayaz Df, Tağtekin D, Yanikoğlu F. Dentine bağlanma ve değerlendirme metodları. *Atatürk Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi* 2011;2011(4):49-56.
97. Placido E, Meira JB, Lima RG, Muench A, de Souza RM, Ballester RY. Shear versus micro-shear bond strength test: a finite element stress analysis. *Dent. Mater. J* 2007;23(9):1086-92.
98. Joniot S, Salomon J, Dejou J, Grégoire G. Use of two surface analyzers to evaluate the surface roughness of four esthetic restorative materials after polishing. *Oper. Dent* 2006;31(1):39-46.
99. Reed SJB. Electron microprobe analysis and scanning electron microscopy in geology. *Baskı. Cambridge University Press; 2005.*

100. Luo X-P, Silikas N, Allaf M, Wilson N, Watts D. AFM and SEM study of the effects of etching on IPS-Empress 2TM dental ceramic. *Surf. Sci* 2001;491(3):388-94.
101. Cappella B, Dietler G. Force-distance curves by atomic force microscopy. *Surf. Sci. Rep* 1999;34(1-3):1-104.
102. Ryan BJ, Poduska KM. Roughness effects on contact angle measurements. *Am. J. Phys* 2008;76(11):1074-77.
103. Caglar I, Ates SM, Yesil Duymus Z. An in vitro evaluation of the effect of various adhesives and surface treatments on bond strength of resin cement to polyetheretherketone. *J. Prosthodont* 2019;28(1):342-49.
104. Rocha RFV, Anami LC, Campos TMB, Melo RMD, Bottino MA. Bonding of the polymer polyetheretherketone (PEEK) to human dentin: effect of surface treatments. *Braz. Dent. J* 2016;27(6):693-99.
105. Akkan C, Hammadeh M, Brück S, Park H, Veith M, Abdul-Khaliq H, Aktas C. Plasma and short pulse laser treatment of medical grade PEEK surfaces for controlled wetting. *Mater. Lett* 2013;109:261-64.
106. Hegemann D, Brunner H, Oehr C. Plasma treatment of polymers for surface and adhesion improvement. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., B* 2003;208:281-86.
107. Williams TS, Yu H, Hicks RF. Atmospheric pressure plasma activation of polymers and composites for adhesive bonding. *Rev. Adhes. Adhes* 2013;1(1):46-87.
108. Rashed U, Ahmed H, Al-Halwagy A, Garamoon A. Surface characteristics and printing properties of PET fabric treated by atmospheric dielectric barrier discharge plasma. *Eur Phys J-Appl Phys* 2009;45(1).

109. Coulon J, Tournerie N, Maillard H. Adhesion enhancement of Al coatings on carbon/epoxy composite surfaces by atmospheric plasma. *Appl. Surf. Sci* 2013;283843-50.
110. Jha S, Bhowmik S, Bhatnagar N, Bhattacharya NK, Deka U, Iqbal HMS, Benedictus R. Experimental investigation into the effect of adhesion properties of PEEK modified by atmospheric pressure plasma and low pressure plasma. *J. Appl* 2010;118(1):173-79.
111. Iqbal H, Bhowmik S, Benedictus R. Surface modification of high performance polymers by atmospheric pressure plasma and failure mechanism of adhesive bonded joints. *Int J Adhes Adhes* 2010;30(6):418-24.
112. Wiącek AE, Dul K. Effect of surface modification on starch/phospholipid wettability. *Colloids Surf* 2015;480351-59.
113. Bötzel F, Zimmermann T, Sütel M, Müller W-D, Schwitalla AD. Influence of different low-pressure plasma process parameters on shear bond strength between veneering composites and PEEK materials. *Dent. Mater. J* 2018;34(9):246-54.
114. Zhou L, Qian Y, Gan K, Liu H, Liu X, Niu D. Effect of different surface treatments and thermocycling on shear bond strength to polyetheretherketone. *High Perform* 2017;29(1):87-93.
115. Martins A, Pinho ED, Faria S, Pashkuleva I, Marques AP, Reis RL, Neves NM. Surface modification of electrospun polycaprolactone nanofiber meshes by plasma treatment to enhance biological performance. *small* 2009;5(10):1195-206.
116. Shinohara H, Mizuno J, Shoji S. Low-temperature direct bonding of poly (methyl methacrylate) for polymer microchips. *IEEJ Trans.Electr. Electron. Eng* 2007;2(3):301-06.

117. Comyn J, Mascia L, Xiao G, Parker B. Plasma-treatment of polyetheretherketone (PEEK) for adhesive bonding. *Int J Adhes Adhes* 1996;16(2):97-104.
118. Gupta B, Hilborn J, Hollenstein C, Plummer C, Houriet R, Xanthopoulos N. Surface modification of polyester films by RF plasma. *J. Appl* 2000;78(5):1083-91.
119. Lai J, Sunderland B, Xue J, Yan S, Zhao W, Folkard M, Michael BD, Wang Y. Study on hydrophilicity of polymer surfaces improved by plasma treatment. *Appl. Surf. Sci* 2006;252(10):3375-79.
120. Yavirach P, Chaijareenont P, Boonyawan D, Pattamapun K, Tunma S, Takahashi H, Arksornnukit M. Effects of plasma treatment on the shear bond strength between fiber-reinforced composite posts and resin composite for core build-up. *Dent. Mater. J* 2009;28(6):686-82.
121. Lommatzsch U, Pasedag D, Baalman A, Ellinghorst G, Wagner HE. Atmospheric pressure plasma jet treatment of polyethylene surfaces for adhesion improvement. *Plasma Process Polym* 2007;4(1):1041-45.
122. Jokinen V, Suvanto P, Franssila S. Oxygen and nitrogen plasma hydrophilization and hydrophobic recovery of polymers. *Biomicrofluidics* 2012;6(1):016501.
123. 10477 I. Dentistry–Polymer-based crown and bridge materials. 2004.
124. Schmidlin PR, Eichberger M, Stawarczyk B. Glycine: A potential coupling agent to bond to helium plasma treated PEEK? *Dent. Mater. J* 2016;32(2):305-10.
125. Loh J. Plasma surface modification in biomedical applications. *Medical Technologist* 1999;10(1):24-30.
126. Kim S, Lee K-J, Seo Y. Polyetheretherketone (PEEK) surface functionalization by low-energy ion-beam irradiation under a reactive O₂ environment and its effect on the PEEK/copper adhesives. *Langmuir* 2004;20(1):157-63.

EKLER

EK-1. ÖZGEÇMİŞ

1. KİŞİSEL BİLGİLER

Adı : Natiga
Soyadı : İSRAFİL
Doğum Yeri : Şemkir/AZERBAYCAN
Doğum Tarihi : 15.04.1982
Uyruđu : AZERBAYCAN
Email : natiga2007@gmail.com

2. EĐİTİM

2000-2005 : Azerbaycan Tıp Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi
2017-2020 : Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi,
Protetik diş tedavisi Anabilim Dalı

3. YABANCI DİL

Türkçe, Rusça, İngilizce

4. AKADEMİK DENEYİM

2017-2020 : Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi, Protetik Diş
Tedavisi ABD, ESKİŞEHİR

5. PROJELER

2018-2373 kodlu Eskişehir Osmangazi Üniversitesi BAP projesi Araştırmacı