

**METAL DESTEKSİZ DİŞ PORSELENİ ÜRETİMİ
VE KARAKTERİZASYONU**

Güray KAYA

Doktora Tezi

Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı

Eylül-2008

**Bu tez çalışması Anadolu Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri
Komisyonu Başkanlığı tarafından desteklenmiştir. Proje No: 060215**

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Güray KAYA'nın “Metal Desteksiz Diş Porseleni Üretimi ve Karakterizasyonu” başlıklı Seramik Mühendisliği Anabilim Dalındaki, Doktora Tezi 31.07.2008 tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından Anadolu Üniversitesi Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

<u>Adı Soyadı</u>	<u>İmza</u>
Üye (Tez Danışmanı) : Prof. Dr. BEKİR KARASU	
Üye : Prof. Dr. SERVET TURAN	
Üye : Prof. Dr. NURAN AY	
Üye : Prof. Dr. ABDULLAH ÖZTÜRK	
Üye : Yard. Doç. Dr. MÜNEVVER ÇAKI	

**Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun
..... tarih ve sayılı kararı ile onaylanmıştır.**

Enstitü Müdürü

ÖZET

Doktora Tezi

METAL DESTEKSİZ DİŞ PORSELENİ ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Güray KAYA

Anadolu Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Bekir KARASU

2008, 233 sayfa

Diş porselenleri metal destekli ve metal desteksiz (tam seramik) olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Birinci grup adından da anlaşıldığı gibi bir metal kaide üzerine porselen uygulanması sonucu elde edilen protez çeşididir. Metal kaidenin rengi gri olup porselenden yansıdığı için diş rengi bozulmakta ve özellikle ön dişlerde estetik açıdan istenilen sonuçlar elde edilememektedir. Metal destekli porselen protezlerin böylesi dezavantajlarından dolayı hekimler metal desteksiz porselen tekniğine yönelmişlerdir. Metal desteksiz seramik kron veya köprüler; seramik destek (altlık), opak, dentin ve mine (insizal veya enamel) olmak üzere 4 farklı katmandan meydana gelmektedir. Ayrıca, çoğu uygulamada porselen son ürünün daha parlak ve çekici görünmesi için insizalin üstü ince ve şeffaf bir sır tabakasıyla kaplanmaktadır. Yitriya ile kısmen kararlı hale getirilmiş tetragonal zirkonyanın biyo-uyumluluğu, yüksek mekanik özellikleri ve rengi seramik destek malzemesi şeklinde kron ve köprü uygulamalarında kullanımını son yıllarda çok popüler hale getirmiştir.

Bu çalışmada, zirkonya destek, opak, dentin, mine ve sır tabakalarının üretimi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Elde edilen örneklerin tamamı “ISO 6872, Dental Ceramics” standardına göre hazırlanmış ve test edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Zirkonya altlık, Metal desteksiz diş porseleni, Kron, Köprü, Karakterizasyon.

ABSTRACT

PhD Dissertation

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF ALL-CERAMIC DENTAL PORCELAIN

Güray KAYA

**Anadolu University
Graduate School of Sciences
Ceramic Engineering Program**

Supervisor: Prof. Dr. Bekir KARASU

2008, 233 pages

Dental porcelains are divided into two systems: metal-ceramic and all-ceramic. As it implies, metal-ceramic porcelain is a type of prosthesis obtained by applying porcelain onto a metal substrate. Because of metal's grey colour and its reflection from the porcelain, colour problem of the teeth appears and aesthetically desired results can not be achieved especially for the front teeth. Dentists tend to use all-ceramic porcelain technique due to such a disadvantage of the metal-ceramic porcelain prosthesis. All-ceramic crowns or bridges consist of four different layers; core, opaque, dentine and insical. Moreover, the insical surface is veneered with a glaze coating in most applications to end up with a final product shinier and more attractive. Using yttria-partially stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP) as ceramic core material in crowns and bridges applications has become so popular in recent years thanks to its biocompatibility, high mechanical properties and colour.

In this study, it was worked on the production and characterization of zirconia core, opaque, dentine, insical and glaze layers. All samples were prepared and the tests were performed according to "ISO 6872 Dental Ceramics Standard".

Keywords: Zirconia core, Dental porcelain without a metal support, Crown, Bridge, Characterization.

TEŞEKKÜR

Bilgi, hoşgörü ve yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen, üzerimde çok büyük emeği olan değerli danışman hocam Prof. Dr. Bekir KARASU'ya, tez çalışmalarımın yönlendirilmesi ve değerlendirilmesinde değerli görüşleriyle bana yol gösteren tez izleme jürimdeki hocalarım Prof. Dr. Servet TURAN ve Yrd. Doç. Dr. Münevver ÇAKI'ya, tüm çalışmalarımda değerli fikir ve yorumlarına sık sık başvurduğum Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü hocalarıma, çalışmam sırasında teorik ve pratik yardımlarından ve desteklerinden dolayı başta Rasim CEYLANTEKİN, Özgür ÖZER, Hilmi YURDAKUL, Erhan AYAS ve Orkun TUNÇKAN olmak üzere tüm çalışma arkadaşlarıma, Bölüm ve SAM personeline, Termomekanik analiz çalışmalarımdeki yardımları için Doç. Dr. Ender SUVACI, Gökçe YILDIRIM ve Gülşen Leyla GÜNGÖR'e, tezimin yazımı sırasında bilgisayar programı bilgilerinden sıklıkla yararlandığım Aytaç BİÇER'e zor durumlarımda sürekli yardımına koşan değerli arkadaşım Göktuğ GÜNKAYA'ya ve kendisini tanıdığım günden bu yana her zaman desteğini yanımda hissettiğim başımın tatlı belası Selvin YEŞİLAY'a en içten teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca, çalışmalarımın pratik uygulamalarında bana yardımcı olan başta Coşkan Dental sahibi Ahmet COŞKAN ve Crown Diş Protez Laboratuvarı sahibi İbrahim COŞKAN olmak üzere, Çapa Dental Diş Protez Laboratuvarı sahipleri Bülent İRKÖRÜCÜ ve Uğur ÇAKAN'a Uludağ Dental Diş Protez Laboratuvarı sahibi Selim ULUDAĞ'a, Marmara Dental Diş Protez Laboratuvarı sahibi Fatih REİS'e, ColorDent Diş Protez Laboratuvarı sahibi Mazhar MARDAN'a ve Vita Diş Protez Laboratuvarı sahibi Halit YAĞCI'ya teşekkürü bir borç bilirim.

Son olarak, hayatım boyunca maddi ve manevi desteklerini benden esirgemeyen, her daim arkamda duran annem Aynur KAYA, babam Ahmet KAYA ve ablam Şenay KAYA'ya sonsuz teşekkürler.

Güray KAYA

Eylül 2008

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET.....	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ	xix
1.GİRİŞ	1
2. DİŞ HAKKINDA GENEL BİLGİ	3
2.1. Diş ve Diş Çeşitleri.....	3
2.2. Dişin Önemi	4
2.3. Dişin Yapısı.....	5
2.3.1. Mine	5
2.3.2. Dentin.....	6
2.3.3. Pulpa (diş özü)	6
2.3.4. Sement	7
2.4. Dişin Mekanik Özellikleri	7
3. DİŞ PORSELENLERİ	8
3.1. Diş Porselenlerinin Tarihsel Gelişimi	8
3.2. Diş Porseleninin Yapısı ve Üretimi	9
3.3. Diş Porseleninin Özellikleri	12
3.4. Diş Porselenlerinin Kullanım Alanları	13
3.4.1. Laminate (lamina, lamine, laminey) veneer	13
3.4.2. İnley ve Onleyler	13

3.4.3. Sabit Diş Protezleri	14
3.5. Diş Porselenlerinin Sınıflandırılması	15
3.5.1. Metal destekli diş porseleni	16
3.5.2. Metal desteksiz diş porseleni	19
3.5.2.1. Desteksiz diş porseleni	19
3.5.2.2. Seramik destekli diş porseleni	21
4. YÜKSEK DAYANIMA SAHİP SERAMİK DESTEK SİSTEMLERİ	22
4.1. İkincil Faz İlavesiyle Kuvvetlendirilmiş Porselenler	22
4.1.1. Lüsit ile kuvvetlendirilmiş porselenler	22
4.1.2. Alümina ile kuvvetlendirilmiş porselenler	23
4.1.3. Magnezya ile kuvvetlendirilmiş porselenler	24
4.1.4. Zirkonya ile kuvvetlendirilmiş porselenler	24
4.2. Cam- Seramikler	24
4.2.1. Lüsit cam-seramikleri	25
4.2.2. Mika cam-seramikleri	25
4.2.3. Lityum disilikat cam-seramikleri	26
4.3. Cam Emdirilmiş Seramikler	27
4.3.1 Spinel sistemi	27
4.3.2. Alümina sistemi	27
4.3.3. Alümina-Zirkonya sistemi	27
4.4. Tamamen Sinterlenmiş Seramikler	34
4.4.1. Alümina	34
4.4.2. Zirkonya	35
5. ZİRKONYA	43
5.1. Kararlı Hale Getirilmiş (Stabilize Edilmiş) Zirkonya	44
5.1.1. Tamamen kararlı hale getirilmiş zirkonya (FSZ)	44
5.1.2. Yarı kararlı hale getirilmiş zirkonya (PSZ)	45

5.2. Yitriya ile Kararlı Hale Getirilmiş Çok Kristalli Tetragonal Zirkonya (Y-TZP, Yttrium oxide stabilised polycrystalline tetragonal zirconia).....	46
5.3. Dönüşüm Toklaştırmaları	48
5.3.1. Mikro çatlak oluşumu	48
5.3.2. Gerilim arttırımıyla (Stress-induced) dönüşüm toklaştırmaları	49
5.4. Y-TZP'nin Biyo Uyumluluğu	51
6. AMAÇ VE ÖNEM	52
7. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	54
7.1. Zirkonya Desteklerin Hazırlanması.....	54
7.1.1. Kullanılan hammaddeler	54
7.1.2. Şekillendirme	54
7.1.3. Bağlayıcı uzaklaştırma.....	55
7.1.4. Ön sinterleme	56
7.1.5. Zirkonya bloğun işlenmesi.....	56
7.1.6. Sinterleme	57
7.2. Diş Porseleni Tabakalarının Üretimi	58
7.2.1. Kullanılan hammaddeler	58
7.2.2. Yığın hazırlama ve karıştırma.....	60
7.2.3. Ergitme ve fıritleştirme	66
7.2.4. Öğütme ve eleme	66
7.2.5. Lüsit üretimi.....	66
7.2.6. Diş porseleni tozlarının hazırlanması	67
7.2.7. Diş porseleni tozlarının uygulanması ve pişirilmesi.....	67
7.3. Uygulanan Testler ve Analizler.....	74
7.3.1. Kimyasal Analiz	74
7.3.2. Faz Analizi	75
7.3.3. Isıl Genleşme Katsayısı Analizi.....	76
7.3.4. Sinterleme Analizi	76

7.3.5. Erime Davranışı Analizi	77
7.3.6. Mikroyapı Analizi ve Elementel Analiz	77
7.3.7. TEM (Geçirimli Elektron Mikroskobu) Analizi	79
7.3.8. Tane Boyut Dağılımı Analizi.....	79
7.3.9. Yoğunluk Testi	79
7.3.10. Mikro Sertlik Testi.....	80
7.3.11. Üç Nokta Eğme Testi.....	81
7.3.12. Kimyasal Dayanım Testi	83
8. ZİRKONYA İLE İLGİLİ SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR	84
8.1. Kullanılan Zirkonya Tozlara Ait Sonuçlar ve Tartışmalar.....	84
8.1.1. Kimyasal analiz sonuçları	84
8.1.2. XRD analizi sonuçları.....	84
8.1.3. SEM analizi sonuçları	86
8.1.4. TEM analizi sonuçları.....	88
8.1.5. Tane boyutu analizi sonuçları	95
8.2. Zirkonya Bloklara Ait Sonuçlar ve Tartışmalar	96
8.2.1. Kimyasal analiz sonuçları	96
8.2.2. Ham yoğunluk sonuçları	97
8.2.3. Mikro Sertlik Sonuçları	100
8.2.4. XRD analizi sonuçları.....	101
8.2.5. SEM analizi sonuçları	104
8.3. Sinterlenmiş Zirkonya Desteklere Ait Sonuçlar ve Tartışmalar	106
8.3.1. SEM analizi sonuçları	106
8.3.2. Pişme küçülmesi sonuçları.....	122
8.3.3. Sinterleme analizi sonuçları.....	124
8.3.4. Yoğunluk sonuçları.....	129
8.3.5. Eğme testi sonuçları	130
8.3.6. XRD analizi sonuçları	132

9. DİŞ PORSELENİ İLE İLGİLİ SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR	142
9.1. Kimyasal Analiz Sonuçları.....	142
9.2. Tane Boyut Analizi Sonuçları	144
9.3. Isı Mikroskobu Analizi Sonuçları	149
9.4. Isıl Genleşme Katsayısı Analizi Sonuçları	157
9.5. XRD Analizi Sonuçları	162
9.6. SEM ve EDX Analizi Sonuçları.....	171
9.7. Mikro Sertlik Sonuçları	199
9.8. Eğme Mukavemeti Testi Sonuçları	200
9.9. Kimyasal Dayanım Sonuçları.....	201
10. SONUÇLARIN ÖZETİ	203
11. GENEL SONUÇLAR	211
12. ÖNERİLER	213
KAYNAKLAR	214

ŞEKİLLER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
1.1. Metal destekli porselen protezlerinde kullanılan metal kaide	1
1.2. Zirkonya (ZrO_2) destek kullanılarak yapılan metal desteksiz (tam seramik) (a) ve metal destekli köprü uygulamasının (b) ışık altındaki görüntüleri.....	2
2.1. Dişlerin ağızdaki pozisyonları	4
2.2. Dişin yapısı	5
3.1. Kaolen-kuvars-feldispat üçlü faz diyagramı.....	10
3.2. Porselen kronun kırılması.....	13
3.3. Porselen lamina (a) ve dişe uygulanması (b).....	14
3.4. İnley ve onley tekniği ile dişin onarılması.....	14
3.5. Kron kaplama uygulaması	15
3.6. Köprü uygulaması.....	15
3.7. Metalin santrifüj yoluyla dökümü (a) ve manşetin açılması (b).....	16
3.8. Metal üzerine uygun renkte opaklaştırıcı sürülmesi (a) ve pişirim sonrası görünüm (b).....	17
3.9. Opak dentin aplikasyonu	18
3.10. Dentinin üzerine mine uygulaması (a) ve pişirim sonrası görünüm (b)	18
3.11. Protezin sırlanması ve pişirilmiş görünümü	18
3.12. Ivoclar Firması'na ait IPS Empress Esthetic cam-seramik ingotlar	19
3.13. Ivoclar Firması'na ait IPS Empress CAD bloklar	20
3.14. Restorasyonu tamamlanmış desteksiz diş porseleni	20
3.15. Seramik destekli kronu oluşturan tabakalar.....	21
4.1. Alümina takviyeli porselenin mikroyapı görüntüsü	23
4.2. Alümina taneciklerinin çatlağı önlemesi	23
4.3. Lityum disilikat cam-seramiğinin SEM görüntüsü	26
4.4. Hekimden gelen ölçüye göre hazırlanan güdüklü model	28
4.5. Gүdük üzerine distanslakın uygulanması	29
4.6. Dublikasyon malzemesinin hazırlanması	29

4.7. Alçı model eldesi	29
4.8. Döküm çamurunun hazırlanması	30
4.9. Hazırlanan çamurunun alçı kalıp üzerine uygulanması.....	30
4.10. Desteğin pişirilmesi	31
4.11. Pişirilen desteğin rötuşlanarak nihai formuna getirilmesi	31
4.12. Hazırlanan desteğe yapılan çatlak kontrol testi	32
4.13. Destek üzerine lantanyum borat camının uygulanması.....	32
4.14. Desteğin cam emdirme pişirimine tabi tutulması	32
4.15. Cam emdirme işlemi sonrası çekirdeğin kontrolü	33
4.16. Destekteki fazla camın aşındırma ve kumlama ile temizlenmesi.....	33
4.17. Cam emdirme işlemi tamamlanmış desteğin nihai görüntüsü.....	33
4.18. Cam emdirilmiş seramik destek kullanılarak tamamlanmış kron görüntüsü	34
4.19. Mum modelaj.....	36
4.20. Mum modelajın cihaza okutulması.....	37
4.21. Vita Cad-Cam sistemi ve modelajın bilgisayar ortamındaki görüntüsü.....	37
4.22. Manüel cihaza yerleştirilmiş modelaj ve zirkonya blok.....	38
4.23. Farklı şekillerde üretilmiş zirkonya bloklar.....	39
4.24. Alümina bloklar	39
4.25. Bloğun otomatik cihazda işlenmesi	40
4.26. Manüel sistemde blokların işlenmesi.....	40
4.27. Rötuşlanan zirkonya veya alümina destek.....	41
4.28. Desteğin renklendirilmesi.....	41
4.29. Desteklerin sinterlenmesi	41
4.30. Zirkonya veya alümina destek (a) ve tamamlanmış bir kron örneği (b).....	42
5.1. Zirkonyanın üç polimorfunun (a: kübik, b: tetragonal, c: monoklinik) şematik gösterimi.....	43
5.2. Sıcaklığa bağlı olarak zirkonyada meydana gelen faz dönüşümleri.....	44
5.3. Bileşim ve süreç sıcaklıklarına bağlı olarak zirkonya-yitriya sistemindeki faz ilişkisi.....	45

5.4. Mg-PSZ’de çökelen tetragonal zirkonya kristallerinin Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) görüntüsü.....	46
5.5. Tetragonal-monoklinik faz dönüşümü sonucu zirkonya tanelerinin etrafında mikro çatlak oluşumu	48
5.6. Alümina-zirkonya malzemesinde koyu olarak görülen zirkonya tanelerinin etrafında oluşan mikro çatlakları gösteren TEM görüntüsü	49
5.7. TZP içindeki stress-induced dönüşüm toklaştırma mekanizmasının şematik gösterimi.....	50
5.8. Tetragonal-monoklinik faz dönüşümü ile çatlağın durdurulması.....	50
7.1. 38x76 mm ebatlarında el presi kalıbı ve şekillendirilen numuneler.....	55
7.2. 19x40 mm ebatlarında el presi kalıbı ve şekillendirilen numuneler.....	55
7.3. Üretilen B kodlu diş porseleni fırıtı	66
7.4. Opak tabakasının uygulanması ve pişirim sonrası görünüm	68
7.5. Dentin (a), Mine (b) uygulaması ve pişirim sonrası görünüm.....	70
7.6. Sır uygulaması (a) ve pişirim sonrası görünüm (b)	73
7.7. 13 mm çapına sahip el presi kalıbı ve hazırlanan numuneler.....	75
7.8. Dilatometre analizinde kullanılan el kalıbı ve preslenen numuneler.....	76
7.9. Optik dilatometre cihazı (sol) ve TMA (sağ) için hazırlanan numune görüntüsü	77
7.10. Isı mikroskobu numunesi (a) ve hazırlama aparatı (b)	77
7.11. Vickers sertlik testinde oluşan sembolize iz ve köşegen uzunlukları.....	80
7.12. Mikro sertlik testi sonucu oluşan izinin köşelerinde çatlak oluşumu	81
7.13. Üç nokta eğme test numunelerinin hazırlanmasında kullanılan kalıp ve elde edilen numuneler.....	82
8.1. TZP-1’in XRD deseni.....	85
8.2. TZP-2’in XRD deseni.....	85
8.3. TZP-1’in farklı büyötmelerdeki SEM görüntüleri.....	86
8.4. TZP-2’nin farklı büyötmelerdeki SEM görüntüleri.....	87
8.5. TZP-1’in farklı büyötmelerdeki STEM-HAADF görüntüleri	89
8.6. TZP-2’nin farklı büyötmelerdeki STEM-HAADF görüntüleri	90

8.7. TZP-1'in TEM-BF görüntüleri.....	91
8.8. TZP-2'nin TEM-BF görüntüleri.....	92
8.9. STEM HAADF görüntüleri üzerinden elde edilen TZP-1'e ait şiddet profili.....	93
8.10. STEM HAADF görüntüleri üzerinden elde edilen TZP-2'ye ait şiddet profili.....	94
8.11. TZP-1'e ait tane boyut dağılımı eğrisi.....	95
8.12. TZP-2'ye ait tane boyut dağılımı eğrisi.....	95
8.13. Tek yönlü hidrolik pres ile şekillendirilen ürünlerin pres basıncı yoğunluk ilişkisi	98
8.14. CIP ile şekillendirilen ürünlerin pres basıncı-yoğunluk ilişkisi	99
8.15. TZ-B1 kodlu zirkonya blok için pres basıncı-sıcaklık-yoğunluk ilişkisi	99
8.16. TZ-B2 için pres basıncı-sıcaklık-yoğunluk ilişkisi	100
8.17. Cercon'un XRD deseni.....	101
8.18. YZ 2000'in XRD deseni.....	102
8.19. Zirkonzahn'ın XRD deseni.....	103
8.20. TZ-B1'in XRD deseni	103
8.21. TZ-B2'nin XRD deseni	104
8.22. Cercon (a), YZ 2000 (b) ve Zirkonzahn (c) kodlu zirkonya blokların SEM görüntüleri.....	105
8.23. Üretilen TZ-B1 (a) ve TZ-B2 (b) kodlu zirkonya blokların SEM görüntüleri	106
8.24. Cercon bloğundan üretilen sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri.....	107
8.25. YZ 2000 bloğundan üretilen sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri.....	108
8.26. Zirkonzahn bloğundan üretilen sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri	109

8.27. Ticari bloklardan üretilen zirkonya desteklerin mikro yapılarının karşılaştırılması (a) Cercon, (b) YZ 2000, (c) Zirkonzahn.....	110
8.28. TZ-B2 desteğinin Vita (a) ve Zirkonzahn (b) Firmaları'na ait fırınlarda sinterlenmesi sonucu elde edilen mikro yapılarının karşılaştırılması	112
8.29. TZ-B1 bloğundan üretilen ve Cercon Firması'nın fırınında sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri ..	114
8.30. TZ-B2 bloğundan üretilen ve Cercon Firması'nın fırınında sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri ..	115
8.31. TZ-B1 bloğundan üretilen ve Vita Firması'nın fırınında sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri	116
8.32. TZ-B2 bloğundan üretilen ve Vita Firması'nın fırınında sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri	117
8.33. TZ-B1 bloğundan üretilen ve Zirkonzahn Firması'nın fırınında sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri ..	119
8.34. TZ-B2 bloğundan üretilen ve Zirkonzahn Firması'nın fırınında sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri ..	120
8.35. TZ-B1'den üretilen 1350 °C (a), 1400 °C (b), 1450 °C (c) ve 1500 °C'de (d) sinterlenmiş zirkonya desteklerin SEM görüntüleri	121
8.36. TZ-B2'den üretilen 1350 °C (a), 1400 °C (b), 1450 °C (c) ve 1500 °C'de (d) sinterlenmiş zirkonya desteklerin SEM görüntüleri	121
8.37. Tek yönlü pres ile üretilmiş numunenin sinterleme sonrası boyutsal değişimi	123
8.38. CIP ile şekillendirilmiş bloktan hazırlanan numunenin sinterleme sonrası boyutsal değişimi	124
8.39. Presleme basıncının zirkonya desteğin sinterlenmesine olan etkisi	125
8.40. Cercon'dan hazırlanan numunenin sinterlenme eğrisi	126
8.41. YZ-2000'den hazırlanan numunenin sinterlenme eğrisi	127
8.42. Zirkonzahn'dan hazırlanan numunenin sinterlenme eğrisi.....	127
8.43. TZ-B1_Cercon'dan hazırlanan numunenin sinterlenme eğrisi.....	128

8.44. TZ-B2_YZ-2000'den hazırlanan numunenin sinterlenme eğrisi	128
8.45. TZ-B2_Zirkonzahn'dan hazırlanan numunenin sinterlenme eğrisi.....	129
8.46. Sinterlenmiş Cercon desteğinin XRD deseni	132
8.47. Sinterlenmiş YZ-2000 desteğinin XRD deseni.....	133
8.48. Sinterlenmiş Zirkonzahn desteğinin XRD deseni	133
8.49. Sinterlenmiş TZB1_Cercon desteğinin XRD deseni	134
8.50. Sinterlenmiş TZB2_Cercon desteğinin XRD deseni	135
8.51. Sinterlenmiş TZB1_YZ-2000 desteğinin XRD deseni	135
8.52. Sinterlenmiş TZB2_YZ-2000 desteğinin XRD deseni	136
8.53. Sinterlenmiş TZB1_Zirkonzahn desteğinin XRD deseni	136
8.54. Sinterlenmiş TZB2_Zirkonzahn desteğinin XRD deseni	137
8.55. Zirkonyanın 71,83-75,83 (2 θ) aralığında elde edilen XRD deseni	138
8.56. Cercon desteğinden 72,5-75 (2 θ) aralığında elde edilen XRD deseni	139
8.57. YZ-2000 desteğinden 72,5-75 (2 θ) aralığında elde edilen XRD deseni	139
8.58. Zirkonzahn desteğinden 72,5-75 (2 θ) aralığında elde edilen XRD deseni	140
8.59. TZ-B1_Cercon desteğinden 72,5-75 (2 θ) aralığında elde edilen XRD deseni.....	140
8.60. TZ-B2_Zirkonzahn desteğinden 72,5-75 (2 θ) aralığında elde edilen XRD deseni.....	141
9.1. Vita VM9 opak tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi	146
9.2. Vita VM9 dentin tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi	146
9.3. Vita VM9 mine tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi	146
9.4. Vita Aksent sır tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi	147
9.5. Noritake CZR opak tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi	147
9.6. Noritake CZR dentin tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi.....	147
9.7. Noritake CZR mine tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi.....	147
9.8. Noritake CZR sır tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi.....	148
9.9. Z-Opak tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi	148
9.10. Z-Dentin tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi	148
9.11. Z-Mine tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi.....	148

9.12. Z-Sır sır tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi.....	149
9.13. Ticari tozlara ve üretilen bazı opak tozlarına ait sinterleme eğrileri.....	149
9.14. P.L24 opak tabakasının dilatometre eğrisi.....	150
9.15. P.L34 opak tabakasının dilatometre eğrisi.....	151
9.16. Ticari ve üretilen bazı dentin tozlarının sinterleme eğrileri.....	152
9.17. D8 dentin tabakasının dilatometre eğrisi.....	153
9.18. Z-Dentin kodlu dentin tabakasının dilatometre eğrisi.....	153
9.19. Ticari ve üretilen bazı mine tozlarının sinterleme eğrileri.....	154
9.20. E8 mine tabakasının dilatometre eğrisi.....	155
9.21. Z-Mine kodlu mine tabakasının dilatometre eğrisi.....	155
9.22. Ticari ve üretilen bazı sır tozlarının sinterleme eğrileri.....	156
9.23. Vita VM9 katmanlarının ısı genleşme eğrileri.....	158
9.24. Noritake CZR katmanlarının ısı genleşme eğrileri.....	158
9.25. P.L24 opak, D8 dentin ve E8 mine tabakalarının ısı genleşme katsayısı eğrileri.....	159
9.26. Lüsit içeren opak porselen tozlarının ısı genleşme katsayısı eğrileri.....	160
9.27. P.L27 opak, D8 dentin, E8 mine ve Z-Sır tabakalarının ısı genleşme katsayısı eğrileri.....	161
9.28. Z serisi porselen tabakaların ısı genleşme katsayısı eğrileri.....	161
9.29. Vita VM9 opak porseleninin XRD deseni.....	162
9.30. Noritake CZR opak tabakasının XRD deseni.....	163
9.31. P.L24 opak porseleninin XRD deseni.....	164
9.32. P.L27 opak porseleninin XRD deseni.....	164
9.33. Z-Opak porseleninin XRD deseni.....	165
9.34. Vita VM9 dentin tabakasının XRD deseni.....	166
9.35. Noritake CZR dentin tabakasının XRD deseni.....	166
9.36. D8 kodlu dentin katmanının XRD deseni.....	167
9.37. Z-Dentin kodlu dentin tabakasının XRD deseni.....	167
9.38. Vita VM9 mine tabakasının XRD deseni.....	168
9.39. Noritake CZR mine tabakasının XRD deseni.....	168

9.40. E8 kodlu mine tabakasının XRD deseni	169
9.41. Z-Mine kodlu mine tabakasının XRD deseni	169
9.42. Vita Aksent sırnın XRD deseni.....	170
9.43. Noritake CZR sırnın XRD deseni	170
9.44. Z-Sır kodlu ürünün XRD deseni	171
9.45. Vita VM9 opak tabakasına ait SEM görüntüsü	172
9.46. Vita VM9 opak tabakasına ait SEM görüntüsü	172
9.47. Vita VM9 opak tabakasına ait SEM görüntüsü	173
9.48. Vita VM9 opak tabakasına ait SEM görüntüsü	173
9.49. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	174
9.50. 2 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	174
9.51. 3 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	174
9.52. 4 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	175
9.53. Vita VM9 dentin tabakasına ait SEM görüntüsü	175
9.54. Vita VM9 dentin tabakasına ait SEM görüntüsü	176
9.55. Vita VM9 dentin tabakasına ait SEM görüntüsü	177
9.56. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	177
9.57. 2 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	178
9.58. Vita VM9 mine tabakasına ait SEM görüntüsü	178
9.59. Vita VM9 mine tabakasına ait SEM görüntüsü	179
9.60. Vita VM9 mine tabakasına ait SEM görüntüsü	179
9.61. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	180
9.62. 2 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	180
9.63. Noritake CZR opak tabakasına ait SEM görüntüsü	181
9.64. Noritake CZR opak tabakasına ait SEM görüntüsü	181
9.65. Noritake CZR opak tabakasına ait SEM görüntüsü	182
9.66. Noritake CZR opak tabakasına ait SEM görüntüsü	182
9.67. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	183
9.68. 2 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	183
9.69. 3 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	184

9.70. Noritake CZR dentin katmanına ait SEM görüntüsü	184
9.71. Noritake CZR dentin katmanına ait SEM görüntüsü	185
9.72. Noritake CZR dentin katmanına ait SEM görüntüsü	185
9.73. Noritake CZR dentin katmanına ait SEM görüntüsü	186
9.74. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	186
9.75. 2 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	187
9.76. 3 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	187
9.77. Noritake CZR mine tabakasına ait SEM görüntüsü	188
9.78. Noritake CZR mine tabakasına ait SEM görüntüsü	189
9.79. Noritake CZR mine tabakasına ait SEM görüntüsü	189
9.80. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	190
9.81. 2 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	190
9.82. 3 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	190
9.83. P.L27 kodlu opak tabakasına ait SEM görüntüsü	191
9.84. P.L27 kodlu opak tabakasına ait SEM görüntüsü	192
9.85. P.L27 kodlu opak tabakasına ait SEM görüntüsü	192
9.86. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	193
9.87. 2 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	193
9.88. Z-Opak kodlu opak tabakaya ait SEM görüntüsü	194
9.89. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	194
9.90. 2 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	195
9.91. 3 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	195
9.92. Z-Dentin kodlu dentin katmanına ait SEM görüntüsü	196
9.93. Z-Dentin kodlu dentin katmanına ait SEM görüntüsü	196
9.94. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	197
9.95. Z-Mine kodlu porselene ait SEM görüntüsü	197
9.96. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu	198

11.1. Çalışmada üretilen zirkonya blok, bloğun işlenmesiyle elde edilen renklendirilmiş ve sinterlenmiş zirkonya destek ve destek üzerine porselen tabakalarının uygulanması sonucu elde edilen nihai ürünün görüntüsü	211
---	-----

ÇİZELGELER DİZİNİ

	<u>Sayfa</u>
2.1. Dişin mekanik özellikleri.....	7
3.1. Porselen bileşenleri	10
3.2. Tipik bir diş porseleni bileşimi	11
5.1. Y-TZP'nin karakteristik özellikleri	47
7.1. Kullanılan zirkonya tozlarının teknik özellikleri	54
7.2. Bağlayıcı uzaklaştırma pişiriminde kullanılan fırın programı	56
7.3. Zirkonya numunelerin laboratuvar ortamında sinterlenmesinde kullanılan fırın programı	57
7.4. Zirkonzahn marka fırına ait sinterleme programı	57
7.5. Vita Zrycomat marka fırına ait sinterleme programı	58
7.6. Cercon marka fırına ait sinterleme programı	58
7.7. Çalışmada kullanılan kuvarsın kimyasal analizi.....	59
7.8. Çalışmada kullanılan potasyum feldspatın kimyasal analizi	59
7.9. Çalışmada kullanılan sodyum feldspatın kimyasal analizi	59
7.10. Çalışmada kullanılan zirkonun kimyasal analizi	59
7.11. Opak tabakasının yapımında kullanılan bazı fritlerin oksit bileşimleri.....	61
7.12. Dentin tabakasının yapımında kullanılan bazı fritlerin oksit bileşimleri....	62
7.13. Mine tabakasının yapımında kullanılan bazı fritlerin oksit bileşimleri	63
7.14. Sır tabakasının yapımında kullanılan bazı fritlerin oksit bileşimleri.....	64
7.15. Diş porseleni tozlarının hazırlanmasında ana bileşen olarak kullanılan fritin oksit bileşimi.....	65
7.16. Lüsit fritin oksit bileşimi	65
7.17. Opak tabakasının pişirim programı 1	68
7.18. Opak tabakasının pişirim programı 2	69
7.19. Vita VM9 opak tabakası pişirim programı	69
7.20. Noritake CZR opak tabakası pişirim programı.....	70
7.21. Dentin ve mine tabakalarının pişirim programı	71

7.22.	Dentin ve mine tabakalarının pişirim programı	71
7.23.	Vita VM9 dentin ve mine tabakalarının pişirim programı	72
7.24.	Noritake CZR dentin ve mine tabakalarının pişirim programı	72
7.25.	Sır tabakası pişirim programı.....	73
7.26.	Vita Akzent sırtı pişirim programı	74
7.27.	Noritake CZR sırtı pişirim programı	74
7.28.	Sinterlenmiş zirkonya numunelerin parlatılmasında kullanılan program....	78
8.1.	Zirkonya tozlarının tane boyut dağılımı çizelgesi	96
8.2.	Ticari ve üretilen zirkonya blokların oksit bileşimleri.....	96
8.3.	Ticari zirkonya bloklarının ham yoğunluk değerleri	97
8.4.	Zirkonya bloklara ait mikro sertlik değerleri	101
8.5.	Tüm zirkonya ürünlere ait pişme küçülmesi değerleri	122
8.6.	Sinterlenmiş zirkonya desteklerin yoğunluk değerleri	130
8.7.	Sinterlenmiş zirkonya desteklerin eğme testi sonuçları.....	131
9.1.	Vita VM9 tozlarının oksit bileşimleri.....	142
9.2.	Noritake CZR tozlarının oksit bileşimleri	143
9.3.	Porselen tozlarının tane boyut dağılımı çizelgesi	145
9.4.	Vita VM9, Noritake CZR ve P.L24 opak porselen tozlarının ergime davranışları	150
9.5.	Vita VM9, Noritake CZR ve D8 dentin tozlarının ergime davranışları	152
9.6.	Vita VM9, Noritake CZR ve E8 mine tozlarının ergime davranışları.....	154
9.7.	Vita Aksent, Ceramco PFZ ve G7 sır tozlarının ergime davranışları.....	156
9.8.	Porselen tabakaların ısı genleşme katsayıları	157
9.9.	Lüsit içeren opak porselen tozlarının ısı genleşme katsayıları	160
9.10.	Tabakalara ait mikro sertlik değerleri.....	199
9.11.	Tabakalara ait eğme mukavemet testi sonuçları	200
9.12.	Tabakaların kimyasal dayanım sonuçları	202

1. GİRİŞ

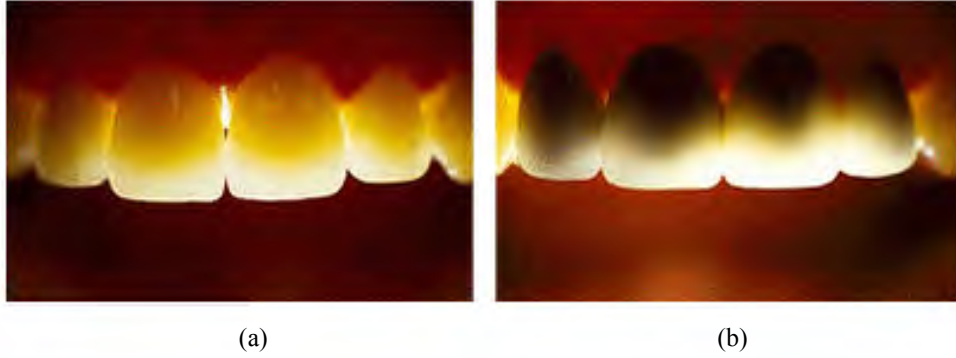
İnsanlık tarihine bakıldığında, bilimsel yaklaşım ve bilinçli değerlendirilme açısından yüz yıldan fazla bir geçmişe sahip seramik esaslı malzemelerin çeşitli amaçlara hizmet etmek üzere asırlardır kullanıldıkları görülmektedir. Seramik, modern dünyada yaşam kalitesini her geçen gün daha da arttırmak yönünde artık vazgeçilemez bir malzeme konumundadır. 1980’li yıllardan itibaren insan vücudunda kullanılabilme kapasitesi araştırılmaya ve uygulanmaya başlanan seramik esaslı malzemeler çok daha işlevsel olabileceklerini göstermişlerdir. Son yıllarda seramiğin sabit diş protezlerinde kullanımında büyük bir artış meydana gelmiştir. Özellikle metal destekli diş protezlerinde metalin yerine seramiğin tercih edilmesine ilgi hızla artmaktadır. Kullanım ilk başlarda tek kron uygulamaları ile sınırlı iken, teknolojik gelişimler sayesinde çok üyeli seramik destekli köprü protezlerinin üretimi mümkün olmuştur. Metal yerine seramik destek tercihinin pek çok nedeni bulunmaktadır;

Metal destekli porselen uygulamalarındaki metal kaidenin rengi gri olduğu için (Şekil 1.1) griliğin porselenden yansıması sonucu arzu edilen diş renginde bir bozunum söz konusudur [1-4].



Şekil 1.1. Metal destekli porselen protezlerinde kullanılan metal kaide [5]

Sorun, metalin bir opaklaştırıcı (metalın yansımasını önleyici bir örtücü) katmanla örtülmesi yoluyla giderilmeye çalışılmaktadır. Fakat, özellikle ön dişlerde opaklaştırıcı kullanılsa da alttan metalin rengi yansımakta ve bazı durumlarda renk açısından istenilen sonuçlar elde edilememektedir (Şekil 1.2).



Şekil 1.2. Zirkonya (ZrO_2) destek kullanılarak yapılan metal desteksiz (tam seramik) (a) ve metal destekli köprü uygulamasının (b) ışık altındaki görüntüleri [6]

Ayrıca, kaplamanın tam anlamıyla başarılı olması için asıl dişin fazlaca kesilmesi, yani; dişin daha çok küçültülmesi gerekmektedir. Sonuçta, diş sinirlerine yaklaşıldığı için bazı dişlerde kanal tedavisi zorunlu hale gelmekte, bazılarında ise sıcak-soğuk duyarlılığıyla karşılaşilmektedir. Metalin ısı iletkenliğinin çok yüksek oluşu göz önüne alındığında sıcak ve soğğun diş sinirlerine iletimi hızlı bir biçimde gerçekleşmektedir. Ayrıca, bazı hastaların metale karşı alerjik hassasiyetlerinden dolayı yapılan protezlerde metal destek kullanımı mümkün değildir. Metal destekli porselen protezlerin böylesi dezavantajları yüzünden hekimler metal desteksiz porselen tekniğine yönelmişlerdir.

Özellikle zirkonyanın üstün mekanik özelliklerinin ve mükemmel biyolojik uyumluluğunun yanı sıra beyaz renge ve tatminkâr yarı geçirgenlik özelliklerine sahip olmasından dolayı metal yerine kullanımı son ürünü estetik açıdan daha çekici kılmaktadır (Şekil 1.2). Ayrıca, zirkonya destekli ürünlerin mekanik özellikleri de köprü uygulamaları için uygundur [3, 7-15].

2. DİŞ HAKKINDA GENEL BİLGİ

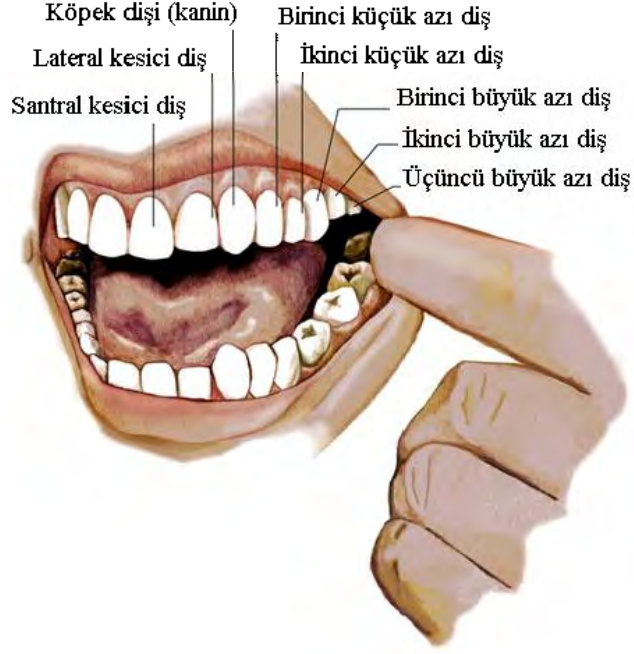
2.1. Diş ve Diş Çeşitleri

Diş, sindirim sisteminin başlangıcında, besinlerin kesilmesi, ufalanması, parçalanması, koparılması ve kendini destekleyen dokuların korunmasına ve gelişmesine yardımcı olan bir organdır. Bulunduğu bölgede, işlev, ses düzeni ve estetik açıdan son derece önemli olan dişler alt ve üst çene kemikleri içine yerleşmiş, dişeti dokularıyla desteklenmiş durumdadır. Dişler yapı olarak ağızda görülen kısmıyla diş kronu ve dişeti altındaki görünmeyen kısmı ile diş kökü olarak adlandırılır [16, 17]. Dişler görevlerine göre sınıflandırılmıştır (Şekil 2.1);

Kesici Dişler: Alt ve üst çenenin ön dişleri kesici diş olarak adlandırılır. Adından da anlaşılacağı gibi, besinlerin kesilmesini sağlarlar. 4 adet alt, 4 adet de üst çenede olmak üzere ağızda toplam 8 tane kesici diş vardır.

Köpek Dişleri: Kesici dişlerin hemen yanında, ağzın köşe bölgelerinde yer alan dişlerdir. Diş hekimliğinde kanin dişi olarak adlandırılırlar. Besinlerin koparılmasını sağlarlar. 2 tane üst, 2 tane de alt çenede olmak üzere ağızda toplam 4 adet köpek dişi vardır.

Azı Dişleri: Kaninlerin hemen arkasında yer alırlar. Küçük ve büyük azı olmak üzere 2 tip azı dişi vardır. Çiğneme işlevi azı diş bölgesinde gerçekleşir. Her bir yarım çenede 2 küçük, 3 büyük olmak üzere toplam 20 tane azı dişi bulunur. 20 yaş dişleri (akıl dişleri) de azı dişleri sınıfına girmektedir [18].



Şekil 2.1. Dişlerin ağızdaki pozisyonları [19]

2.2. Dişin Önemi

Dişler pek çok kültürde yüzyıllar boyunca yüzün, sağlık, gençlik, güzellik ve asalet gösteren ayrılmaz bir parçası olarak kabul edilmişlerdir. Özellikle ön dişlerin kaybı, fiziksel, işlevsel, fizyolojik ve kişisel rahatsızlığa yol açmaktadır [20].

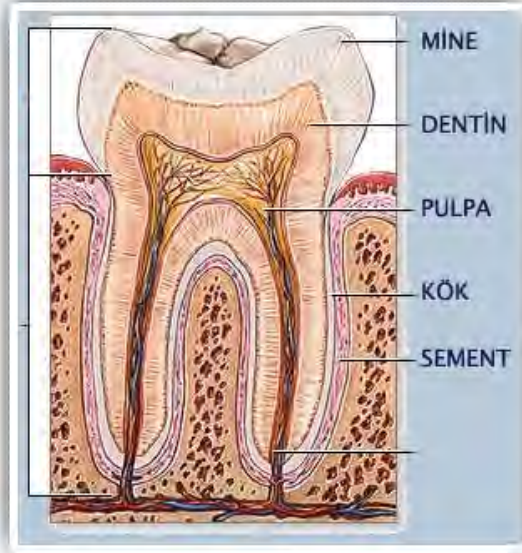
Düzgün konuşmada dişlerin rolü büyüktür. Örneğin;

- Z ve S seslerinde dilin ucu üst kesici dişlerin palatinal (damak tarafındaki) yüzeyine, dilin yan kenarları da damağın yan kenarlarına ve üst büyük azı dişlerinin palatinal yüzeyine temas eder,
- N sesinde, dilin ucu üst kesici dişlerin palatinal yüzeyine, dilin kenarları da damağın yan bölgelerine temas eder,
- V ve F seslerinde, üst kesici dişlerin kenarları alt dudağa temas eder,
- D ve T seslerinde, dilin ucu üst kesici dişlerin palatinal eğiminden destek alır [18].

Dişlerde meydana gelecek eksiklik, söz konusu seslerin düzgün çıkarılamamasına ve telaffuz bozukluklarına yol açacaktır.

2.3. Dişin Yapısı

Sağlıklı bir dişin kesitinden alınmış (boydan), dişin yapısını ve dişte bulunan tabakaları sembolize eden resim Şekil 2.2’de verilmiştir. Görüldüğü gibi diş kronunun dış kısmı oldukça sert bir mine tabakasıyla kaplanmıştır. Minenin hemen altında daha yumuşak dentin tabakası bulunmaktadır. Dişin kök kısmının dış yapısı sement ile kaplıdır. Dentinin altında ise dişe hassasiyet veren pulpa bulunur. Dişler ön bölgede tek köklü yan ve arka bölgelerde ise 2 ve 3 köklüdür [16].



Şekil 2.2. Dişin yapısı [16]

2.3.1. Mine

En dıştan koruyucu bir katman olarak dentini çevreleyen, vücuttaki en sert maddedir. İçinde sinir hücreleri olmadığı için duyarlı bir tabaka değildir. Şayet aşınır, kırılır veya bir şekilde zarar görürse vücut tarafından onarılamaz [21]. % 97’si kalsiyum tuzlarından meydana gelmiştir. Yapısında altıgen şeklinde “apatit” kristalleri mevcuttur. Minenin yapısına giren kalsiyum tuzları, organik diş maketi

üzerinde yavaş yavaş çökelerek birikir ve kristalleşir. Bu birikme, ana rahminde iken başlar. Anne, gebelik süresince bazı ilaçlar alır veya çocuk mine oluşumu sırasında bir hastalık geçirirse mine birikimi aksaklığa uğrayabilir. O zaman dişler sarı, gri veya kahverengi olabilir veya dişlerde eksiklik (hipoplazik) meydana gelebilir [22].

2.3.2. Dentin

Dişin iç bölümünde mine ve pulpa arasında kalan tabakadır. Mineden oldukça yumuşak karakter taşıyan dentin kemikle aynı yoğunluğa sahiptir. Çok kırılğan olan mineye kıyasla daha elastik ve sıkıştırılabilir (compressible) bir yapısı vardır. Dişin asıl kitlesini (% 75) bu tabaka oluşturur. Taç kısmında mine; kök kısmında da sement ile örtülü olan dentin canlı bir yapıdır ve % 70'i mineral tuzları (hidroksiapatit), % 20'si organik madde ve % 10'u da sudan oluşmaktadır. Dentin çok sayıda kanalcık içerir ve bu kanalcıkların içi diş özü sınırındaki dentin yapıcı hücrelerin uzantıları olan iplikçiklerle doludur [21, 22].

2.3.3. Pulpa (diş özü)

“Pulpa” adı da verilen diş özü, dentin tarafından oluşturulan bir odacık içinde yerleşik kılcal atar ve toplardamarlar, duyu sinirleri ve bütün bu yapıları koruyan bir destek dokusundan oluşur. Diş özünün dış çevresi dentin yapıcı hücrelerle (odontoblast) kuşatılmıştır. Bu hücreler, çürük ve diğer zararlı etkenlere karşı, diş koruyan kale muhafızlarına benzemektedir. Her hangi bir nedenle oluşan çürüğe karşı dentin yapıcı hücreler üstün gelirlerse diş özü kalesini dentinle sıvarlar; yenik düşerlerse diş özü açılır ve iltihaplanır. Söz konusu etkinlik genç insanların diş özünde daha yoğundur [21, 22].

2.3.4. Sement

Diş etinin altında dentin kökünün etrafını kaplayan çok ince kemiksi bir tabakadır. Diş kökünün çene kemiğine tutunmasını sağlar. % 65'i inorganik maddedir. Sement, elastik fiberler içerir ve böylece dişin esnemesine olanak tanır [21, 22].

2.4. Dişin Mekanik Özellikleri

Dişi oluşturan tabakaların mekanik özelliklerine bakıldığında, daha sert ve kırılğan olan minenin elastik modülünün (young modülü) yüksek, dentinin ise oldukça düşük olduğu görülür (Çizelge 2.1). Sertlik değerlerinde ise tersi bir durum söz konusudur [21, 23].

Çizelge 2.1. Dişin mekanik özellikleri [21, 23]

Özellikler	Mine	Dentin
Kırılma Tokluğu ($\text{MPa.m}^{1/2}$)	0,7-1,3	1-2
Sertlik (GPa)	4	0,5
σ_{UTS} (MPa)	-	70-80
Elastik (Young) Modülü (GPa)	60-70	5-19

Dişler çiğneme ve yutma sırasında kesik kesik oklusal kuvvetlere maruz kalırlar. Sıradan çiğneme basıncının 2-150 N arasında olduğu belirtilmiştir. Diğer taraftan çiğneme ile ilgili azı dişlerdeki maksimum ısırma kuvveti 300-880 N arasında değişmektedir.

3. DİŞ PORSELENLERİ

3.1. Diş Porselenlerinin Tarihsel Gelişimi

İlk diş tedavileri M.Ö. 700 yıllarında eski İtalya’da başlamış olsa da 18. yy.’a kadar çok fazla gelişmemiştir. Bu yüzyılda yapay dişler, hayvan dişlerinin (özellikle fildişlerinin), tahtanın veya verici diş olarak adlandırılan ölmüş ya da dişi çekilmiş insanların dişlerinin şekillendirilip uygun boyut ve şekle getirilmesiyle yapılmıştır [20, 24]. Porselenin diş uygulamalarında kullanımı 1774 yılında Alexis Duchateau adında bir Fransız eczacının kendi fildişi takma dişlerini porselen ile değiştirmesinin mümkün olabileceğini düşünmesiyle ortaya çıkmıştır. Fildişi oldukça poroz, ağız sıvılarını emen ve zamanla lekelenen, hijyenik olmayan bir malzemedir. Duchateau, Saint Germain-en-Laye’de bulunan Guerhard Porselen Fabrikası’ndaki çalışanların da yardımı ile kendisi için ilk porselen yapay dişi elde etmeyi başarmıştır. Porselenin pişirim esnasında epeyce küçüldüğü düşünüldüğünde bunun büyük bir başarı olduğu kabul edilmektedir.

1885 yılında John Allen ilk kez platin altlık üzerinde pişirilmiş porselen yapay diş üretmiştir. Aynı yüzyılın sonlarında seramikçiler porseleni diş hekimliğinin değişik alanlarında kullanmaya çalışmışlardır [25].

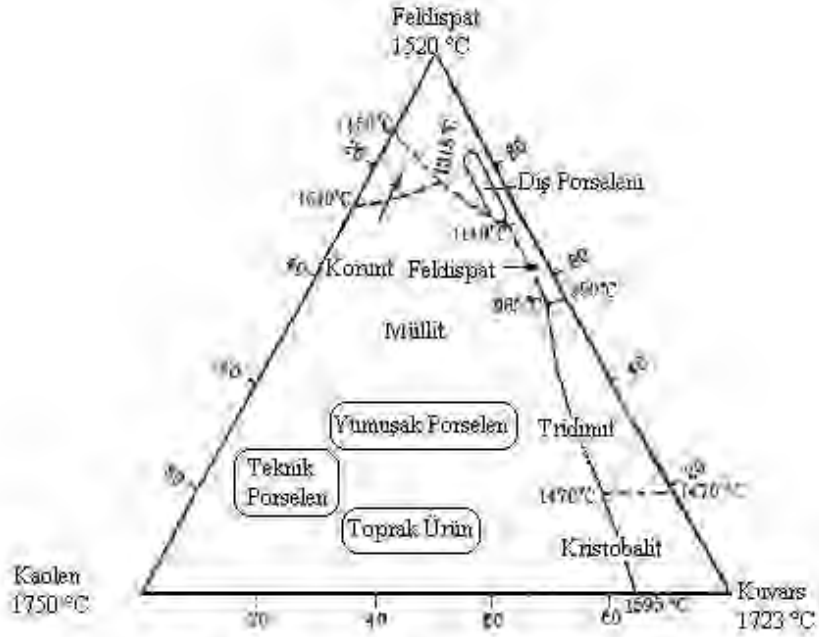
1903 yılında porselen ceket kron uygulaması yapılmış fakat kronun çok çabuk kırılmasından dolayı arzu edilen sonuca ulaşamamıştır [26-28]. Sonraki çalışmalar porselen tozlarının ve pişirim fırınlarının geliştirilmesine paralel olarak hızla ilerlemiştir. 1949 yılında Almanya’da bir işletme vakum ortamında pişirim yaparak daha kaliteli ve sağlam porselen dişlerin üretimini gerçekleştirmiştir. Bu uygulama porselen için çok büyük bir aşama sayılmıştır. 1960 yılında porselen yapay dişlerin ağzın arka bölgesinde kullanımı mümkün olmuştur. Fakat, diş porselenlerinin doğası gereği düşük çekme gerilmeleri, bunların yüksek dayanıma sahip altlık olmadan aşırı gerilmeye maruz kalacak bölgelerde kullanımlarını kısıtlamıştır [26, 29].

1962 yılında Weinstein tarafından metal-porselen yapay diş bileşimleri geliştirilmiş ve bu teknoloji çok büyük bir başarıyı da beraberinde getirmiştir [14,

30]. Söz konusu sistem ile çok sayıda diş içeren köprülerin yapımı ve ağızda arka bölgelerde başarılı bir şekilde kullanımları mümkün olmuştur. 1965 yılında McLean ve Hughes tarafından alümina takviyeli porselenler ve veneer porselenleri tanımlanmıştır [14, 31]. Sonraki yıllardan günümüze yapay dişlerden beklenen özellikler sürekli artmıştır. Metal-porselen sistemlerinin özellikle ön dişlerdeki uygulamalarından istenilen estetik sonuçların alınamaması araştırmacıları yeni ürünlerin keşfine sürüklemiştir. Metalin yerine kullanılmak üzere cam-seramikler, cam emdirilmiş alümina sistemleri ve pres seramikleri gibi çok farklı seramik sistemler geliştirilmiştir. Bu ürünler günümüzde sıklıkla kullanılmaktadır. Fakat, özellikle son yıllarda sinterlenebilir seramikler şeklinde adlandırılan alümina ve özellikle zirkonyanın metalin yerini alması sağlık ve estetik açıdan yapay dişte bir devrim yaratmıştır. Bu alanda çalışmalar halen tüm hızıyla sürmektedir.

3.2. Diş Porseleninin Yapısı ve Üretimi

İlk diş porselenleri feldispat, kaolen ve kuvars karışımından meydana gelmekte olup, bileşimsel açıdan diğer porselenlerden oldukça farklıdır (Şekil 3.1). Geleneksel ve diş porseleninin bileşimi Çizelge 3.1’de sunulmuştur. Kaolen, hidrate alümina silikat’tır ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$) ve bağlayıcı görevi üstlenerek pişmemiş porselenin şekillendirme yeteneğinin artırılmasında rol oynar. Çok az miktarlarda kullanımı bile opaklık sağlamaktadır. Dolayısıyla, ilk diş porselenlerinde istenilen ışık geçirgenliği elde edilememiştir. Sonuçta, geliştirilen diş porseleni karışımlarından kaolen çıkartılıp, yerine feldispatik cam kullanılmıştır [32, 33].



Şekil 3.1. Kaolen-kuvars-feldispat üçlü faz diyagramı [34]

Çizelge 3.1. Porselen bileşenleri (Ağırlıkça %) [32]

Porselen Çeşidi	Kaolen	Kuvars	Feldispat
Geleneksel Porselen	50	20-25	25-30
Dış Porseleni	-	25	65

Piştirim süreci sırasında feldispatın erimesiyle oluşan camı faz içinde ince kristaller şeklinde dağılan kuvars yapıyı güçlendirici eleman görevi görmektedir. Kullanılan feldispatlar potasyum alümina silikat ($K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) ve sodyum alümina silikatların ($Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$) karışımından oluşmaktadır.

Porselenlerin pişirimi sırasında her zaman piropplastik akıştan kaynaklanan dışın sivri kenarlarının yuvarlanıp formunun bozulması tehlikesi söz konusudur. Bunun önüne geçilmesi için kullanılan alkali miktarına dikkat edilmelidir. Tipik bir dış porselenine ait oksit bileşimi Çizelge 3.2’de verilmiştir.

Çizelge 3.2. Tipik bir diş porseleni bileşimi (Ağırlıkça %) [32]

Oksitler	%
Silika	63
Alümina	17
Bor Oksit	7
Potasyum Oksit	7
Sodyum Oksit	4
Diğer Oksitler	2

Diş teknisyenlerinin kullandığı ticari porselen tozları Çizelge 3.2’de verilen bileşenlerin basit bir karışımı değildir. Diş porseleni tozu hazırlanırken ilk önce bileşenler ilave metal oksitler ile uygun bir biçimde karıştırılıp ergitilmekte ve sonrasında eriyik suya dökülerek firitleştirilmektedir. Aşırı hızlı soğutma sonucu gerilmelerden dolayı camın parçalanmasıyla ortaya çıkan malzemeye frit, yapılan bu işleme de firitleştirme veya fritaj adı verilmektedir. Son olarak, elde edilen farklı özelliklerdeki fritlerin uygun bileşimde harmanlanıp öğütülmesiyle diş teknisyenlerinin kullanacağı toz elde edilmektedir [32, 33].

Porselen kronların pişirimi sırasında herhangi bir kimyasal olay meydana gelmemektedir. Camsı yapı cam geçiş sıcaklığının üzerinde erime sonucu bozunmakta ve taneler sıvı faz sinterlenmesiyle bir birlerine bağlanmaktadır.

Porselen tozlarının tane boyut dağılımları da oldukça önemlidir. Tozlar, uygun tane boyutlarında bir araya geldiklerinde oldukça sıkı bir yapı meydana getirecekler ve pişme küçülmesi minimuma inecektir [32].

Porselen tozları doğal dişin rengi ile uyum açısından genellikle renklendirilmektedir. Bu amaçla çoğunlukla pişirimin gerçekleştirildiği sıcaklıkta kararlı olan metal oksit pigmentler kullanılır. Bazı diş porselenleri opalesans olarak isimlendirilirler. Opalesans, diş porseleni karışımına katılan, yüksek kırınım indisine sahip ve tane boyu görünür ışığın dalga boyuna yakın metal oksitlerden ışığın saçınma uğramasıyla elde edilen etkidir. Doğal diş bu etkiye sahip olduğundan üretilen diş porselenlerinin doğal görünmesi için sözkonusu ilaveler yapılmaktadır.

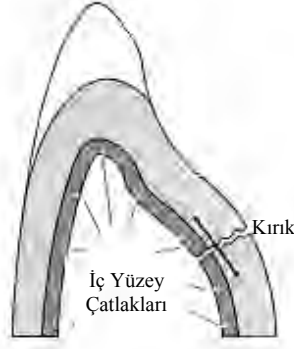
Porselen kaplamaların en üst yüzeyi daha pürüzsüz ve canlı görünmesi amacıyla düşük ergime sıcaklığına sahip bir sır ile örtülebilir. Diğer taraftan sır kullanmadan, fırın sıcaklıklarını değiştirerek arzulanan yüzey kalitesine ulaşmak mümkündür. Fakat, bu teknik aşırı ısıtma sebebiyle ürünün deformasyona uğraması olasılığından dolayı çok fazla tercih edilmemektedir [33].

3.3. Dış Porseleninin Özellikleri

Dış porselenleri kimyasal açıdan oldukça kararlıdır ve zamanla bozulmayan mükemmel bir estetiklik sergilerler. Tipik kırılkan katılarda olduğu gibi dış porselenlerinin basma dayanımları yüksek (350-550 MPa) ancak çekme dayanımları oldukça düşüktür (20-60 MPa). Dış porselenleri camsı yapıdan oluştukları için kırılma toklukları yüksek değildir. Camlar, yüzeyde oluşan mikro çatlaklara karşı epeyce hassastır ve bu durum dış porselenlerinin en önemli dezavantajlarından birisidir.

Porselen düşük ısı iletkenliğe sahip olduğu için fırının soğuması sırasında dış yüzeyi iç yüzeyinden daha hızlı soğumaktadır. Dış yüzey daha fazla küçüleceğinden bu kısımda basma, içeride ise çekme gerilimleri meydana gelmektedir. Porselenin dış yüzeyine sır uygulanması ile yüzeyde var olan kılcal çatlakların kapatılması mümkündür ancak, bu uygulama kronun düzgün bir şekilde oturmasına engel olacağı için iç kısımda olası değildir.

Feldispatik porselenler düşük çekme dayanımlarından dolayı (<60 MPa) çok elemanlı köprüler için uygun değildir. Hatta, yüksek yüke maruz kalan arka bölgedeki dişler için dahi kullanımları sakıncalıdır. Kronun iç kısmında meydana gelecek küçük bir yüzey hatası bile kırılmanın tetikleyicisi olacaktır (Şekil 3.2). Günümüzde yüksek dayanıma sahip desteklerin üretimi üzerine çalışmalar halen devam etmektedir.



Şekil 3.2. Porselen kronun kırılması [32]

3.4. Diş Porselenlerinin Kullanım Alanları

Estetiklik diş hekimliğinin ana temalarından biridir. Protez ve dolguların hastanın yüzü, dudak yapısı, gülme hattı, diş eti seviyeleri dikkate alınarak yapılması ve estetiklik arz etmesi amaçlanmaktadır. Daha güzel bir gülümseme için farklı tedavi teknikleri uygulanmaktadır.

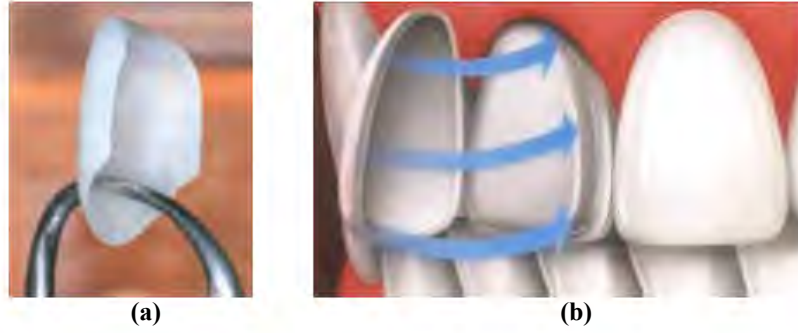
3.4.1. Laminate (lamina, lamine, laminey) veneer

İngilizce olan bu sözcüklerden “Laminate” ince tabaka, “veneer” ise kaplama anlamına gelmektedir. Diş veya dişlerin ön yüzünde çok az bir tabaka aşındırıldıktan sonra ölçü alınıp dişe verilmek istenen şekil ve renkte ince bir porselen kaplama tabakası üretilir. Laminate olarak adlandırılan bu kaplamanın kompozit esaslı reçine yapıştırıcılar (simanlar) ile dişe tutunmaları sağlanır (Şekil 3.3).

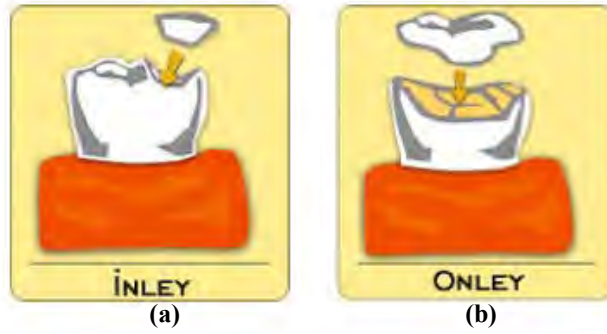
3.4.2. İnley ve Onleyler

İnley ve onleyler dolgu ve kron (kaplama) arasında bir çözümdür. Dolguyu destekleyebilecek yeterli miktarda diş yapısı bulunmadığı takdirde ve diş kron ile kaplanacak derecede zarar görmemiş ise inley ya da onleylerden faydalanılır (Şekil 3.4). İnley ile karşılaştırıldığında onleyler daha geniş alanı kapsamaktadır.

İnleyler dolguya daha çok benzerler ancak dişlerin çiğneme yüzeylerinde bulunan tepeciklerin (tüberkül) arasında yer alırlar. Onley ise bir ya da daha fazla tepeciği de örtecek biçimde yapılmaktadır.



Şekil 3.3. Porselen lamina (a) ve dişe uygulanması (b) [35]



Şekil 3.4. İnley (a) ve onley (b) tekniği ile dişin onarılması [36]

3.4.3. Sabit Diş Protezleri

Dişlerin ve çevre dokuların çeşitli nedenlerle madde kaybına uğradığı ya da tamamen yok olduğu, yani kaybedildiği durumlarda, onarılması ya da eksikliğin giderilmesi amacıyla hazırlanmış malzemelere protez adı verilir. Kron ve köprü olmak üzere ikiye ayrılırlar.

Kron: Çürük, kırık veya başka bir nedenle aşırı madde kaybına uğramış dişlerin küçültülüp kaplanması işlemidir (Şekil 3.5).



Şekil 3.5. Kron kaplama uygulaması [37]

Köprü: Bir veya birden fazla diş eksikliğinde, komşu dişlerin küçültülüp, bunlardan destek alınarak ara boşlukların doldurulması esasına dayanan bir tedavi şeklidir (Şekil 3.6).



Şekil 3.6. Köprü uygulaması [37]

3.5. Diş Porselenlerinin Sınıflandırılması

Diş porselenleri pişirim sıcaklıklarına göre; yüksek (1288-1371 °C), orta (1093-1260 °C) ve düşük sıcaklık porseleni (871-1066 °C) şeklinde sınıflandırılmaktadır [38-40]. İlk zamanlarda genellikle % 85 feldispat ve % 15 kuvars karışımının firitleştirilmesiyle elde edilen yüksek sıcaklık porselenleri kullanılırken, günümüzde her türlü metal alaşımlarla uyumlu, daha hızlı ve düşük sıcaklıklarda pişirilen porselenler tercih edilmektedir.

Porselenlerin diğer bir sınıflandırma şekli de kullanılan destek biçimine göre dir. Porselen uygulaması eğer metal bir kaide üzerine yapılıyor ise metal destekli, metal kaide kullanılmıyor ise metal desteksiz diş porseleni şeklinde isimlendirilir.

3.5.1. Metal destekli diř porseleni

Metal bir kaide üzerine porselen uygulanması sonucu elde edilen bir protez çeřitidir. Ağızdaki çiğneme basıncı çok yüksektir ve porselenin bu basınca dayanması ve kırılmaması için bir metal destek kullanılmaktadır. Hekim tarafından seçilen renge göre hazırlanan porselen, metal altlık üzerine uygulanır ve sonrasında pişirilir. Her porselenin çeşitli aşamalardaki pişirim sıcaklıkları ve süreleri farklıdır. Bu parametreler diř teknisyenleri tarafından kullanılan porselenin pişirim direktifleri dikkate alınarak ayarlanır.

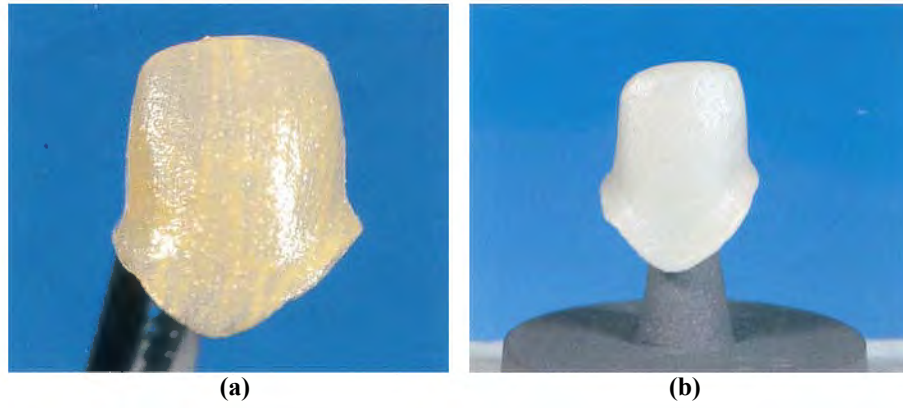
Porselen kron ve köprü yapımında, diř hekiminin hastanın ağzından gerekli ölçüyü alması birincil adımdır. Bunu ölçünün laboratuarda yapılacak proteze göre mumdan bir diř şekli (modelaj) elde edilmesi takip eder. Bir sonraki aşamada modelaj pişirme kabına (manşet) alınarak döküm fırınında ısıtılır. Gerekli sıcaklığa (genellikle 980 °C) ulaşıldığında mumun eriyerek boşalttığı alana istenilen özelliğe uygun metalin santrifüj yoluyla dökümü gerçekleştirilip manşet açılır (Şekil 3.7). Çıkan metalin kumlanarak temizlenmesi gerekmektedir.



Şekil 3.7. Metalin santrifüj yoluyla dökümü (a) ve manşetin açılması (b) [41]

Temizlenen ve tıraşlanan metal, alçı modelin üzerine adapte edilir. Bu işlemler sonucunda metal diř hekiminin prova işlemine hazırdır. Metal provası yapılan kaplamanın yol açabileceği ve bir porselen köprünün sebebiyet verdiği, ağızdaki en büyük şikâyetlerinden biri olan yükselti ve fazlalıklar hekim tarafından

giderilmelidir. Metal, teknisyen tarafından alüminyum oksit ile iyice kumlanarak temizlenip oksidasyon (yükseltgen) ortamında, içindeki gaz ve safsızlıkların giderilmesi için pişirilir. Metal yüzeyinde retansiyon oluşturularak porselen tutuculuğunu arttırmak için üzerine bağlayıcı (bonding agent) sürülür ve yaklaşık 980 °C’de pişirimi gerçekleştirilir. Bu işlem genelde daha düşük kaliteli metaller için gereklidir. Bir sonraki kademe altlık üzerine uygun renkte ince katmanlar halinde bir veya iki kez opaklaştırıcının sürülüp pişirilmesidir (Şekil 3.8).



Şekil 3.8. Metal üzerine uygun renkte opaklaştırıcı sürülmesi (a) ve pişirim sonrası görünüm (b) [42]

Opak pişirimi yapılmış metale opak dentin aplikasyonu (Şekil 3.9) metalin alttan yansması engellenir. Opak-dentinin üzerine sırasıyla dentin ve mine (şeffaf katman) eklenip (Şekil 3.10) genellikle 900-940 °C’de pişirim gerçekleştirilir. Fırından çıkan forma tesviye işlemi yapılır. Modele oturtulan köprü veya kronun yükseklik ölçüleri alınır. Form büzülme gösterdiği için kısalan bölgeler için yeniden bir modelaj işlemi gerçekleştirilip yeni bir fırınlama işlemi yapılır. Benzer biçimde proteze tesviye ve rötuş uygulanır.

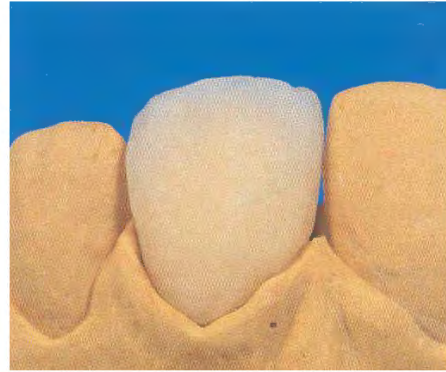
Protez diş doktoru için provaya hazır hale gelmiştir. Doktor tarafından provası alınarak ağızda duruş, yükseklik ve rengi kontrol edilen protez istek ve skalaya uygun bir sırlama işlemine tabi tutulup [Şekil 3.11 (a)] pişirilir. Son olarak ayak görevi yapan kronların iç kısmı kumlanıp temizlenir ve protez [Şekil 3.11 (b)] hastaya uygulanmak üzere hekime gönderilir.



Şekil 3.9. Opak dentin aplikasyonu [42]

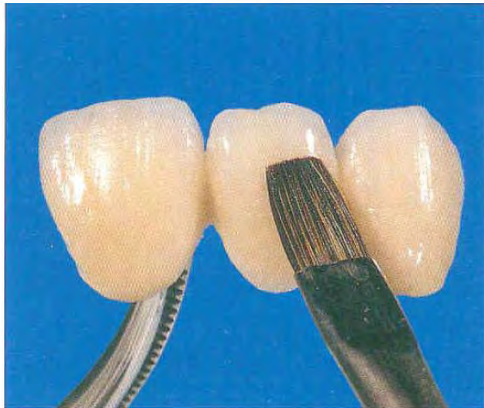


(a)



(b)

Şekil 3.10. Dentinin üzerine mine uygulaması (a) ve pişirim sonrası görünüm (b) [42]



(a)



(b)

Şekil 3.11. Protezin sırlanması ve pişirilmiş görünümü [42, 43]

3.5.2. Metal desteksiz diř porseleni

Metal destekli protezlerden farklı olarak diř porselenleri metal yerine seramik bir destekle veya desteksiz kullanılmaktadır. Metal desteksiz diř protezleri ilk ortaya çıktığında düşük kırılma dayanımlarından dolayı genellikle tek kron uygulamaları tavsiye edilmekte, köprü protezler için önerilmemekte iken günümüzde özellikle zirkonya destek üzerine uygulanmalarıyla çok üyeli köprülerde dahi rahatlıkla tercih edilebilmektedir. Maliyetlerinin yükseklięi yüzünden ilk etapta metal desteksiz porselen protezler yeterince rağbet görmemiş ancak, ilgili alandaki teknolojik gelişmeler ile birlikte fiyatlarının düşmesi ve ayrıca metal destekli porselenlerin “1. Giriş” bölümünde belirtilen dezavantajları söz konusu porselenlere olan ilgiyi giderek arttırmıştır.

3.5.2.1. Desteksiz diř porseleni

Desteksiz diř porselenleri çok yaygın kullanıma sahip değildir. Ivoclar Firması’nın IPS Empress Esthetic ve IPS Empress CAD marka ürünleri bu alanda en popüler porselenlerdir. Lüsit (KAlSi_2O_6) kristallerini içeren bu porselenlerin kırılma dayanımı yaklaşık 160 MPa’dır. Dolayısıyla, genellikle ön diřlerde tek kron uygulamalarında kullanımları tavsiye edilmekte, köprü uygulamaları önerilmemektedir. Genellikle cam-seramik ingot (Şekil 3.12) veya Cad-Cam teknięi ile şekillendirilmeye uygun blok formunda (Şekil 3.13) üretilmektedirler.



Şekil 3.12. Ivoclar Firması’na ait IPS Empress Esthetic cam-seramik ingotlar [44]



Şekil 3.13. Ivoclar Firması'na ait IPS Empress CAD bloklar [45]

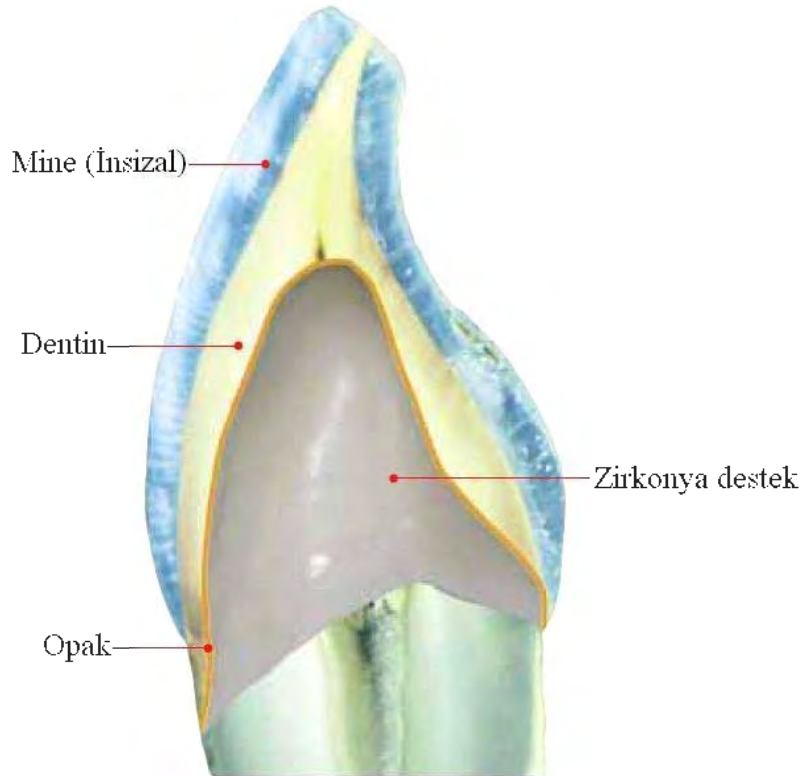
Empress CAD bloklar ilgili cihazda otomatik olarak işlenerek istenilen diş formuna getirilirler. Arzu edilirse ilave porselen uygulaması ve sırlama yapılabilir. IPS Empress Esthetic cam-seramik ingotlardan diş yapımında ise ilk olarak diş hekiminden gelen ölçülere göre mumdan model hazırlanır. Daha sonra bu model ilgili kalıp malzemesiyle kaplanır ve cam pelet ile birlikte pres özelliğine sahip diş porseleni fırını içerisindeki yuvalarına yerleştirilir. Sıcaklık artışıyla mum yanarak sistemden uzaklaşır ve kalıp içerisinde boşluk oluşur. 1000-1200 °C aralığında cam pelet eriyerek uygulanan basıncın da etkisi ile kalıp içerisini doldurur. Daha sonra, fırın soğutularak ürün fırından çıkartılır ve ürüne makyaj ve sırlama işlemi uygulanır [46] (Şekil 3.14).



Şekil 3.14. Restorasyonu tamamlanmış desteksiz diş porseleni [47]

3.5.2.2. Seramik destekli diş porseleni

Metal destek yerine bir seramik desteğin kullanıldığı ve bunun ilgili porselen tabakaları ile kaplanarak diş formunun elde edildiği protezler seramik destekli protezler olarak adlandırılabilir. Temel olarak seramik destek (çekirdek veya kor), opak, dentin ve mine (insizal veya enamel) olmak üzere 4 farklı tabakadan oluşmaktadırlar. (Şekil 3.15). Ayrıca, çoğu uygulamada porselen dişin daha canlı ve çekici görünmesi için insizalin üstü ince ve şeffaf bir sır tabakasıyla kaplanmaktadır. Seramik destek olarak, sinterlenmiş zirkonya, sinterlenmiş alümina, cam emdirilmiş alümina, cam emdirilmiş alümina-zirkonya ve farklı cam-seramik sistemlerinin kullanımına yönelik çeşitli çalışmalar yapılmaktadır [47-74]. Seramik destek üzerine uygulanacak porselenlerin genleşme katsayıları seramik altlık çeşidine göre $7-10 \times 10^{-6} \text{ 1/}^\circ\text{K}$ arasında değişmektedir.



Şekil 3.15. Seramik destekli kronu oluşturan tabakalar [75]

4. YÜKSEK DAYANIMA SAHİP SERAMİK DESTEK SİSTEMLERİ

Seramik destekler, kimyasal yapılarına göre ikincil faz ilavesiyle kuvvetlendirilmiş porselenler, cam-seramikler, cam emdirilmiş seramikler ve tamamen sinterlenmiş seramikler olmak üzere dört ana grupta ele alınabilir [14, 32, 76, 77].

4.1. İkincil Faz İlavesiyle Kuvvetlendirilmiş Porselenler

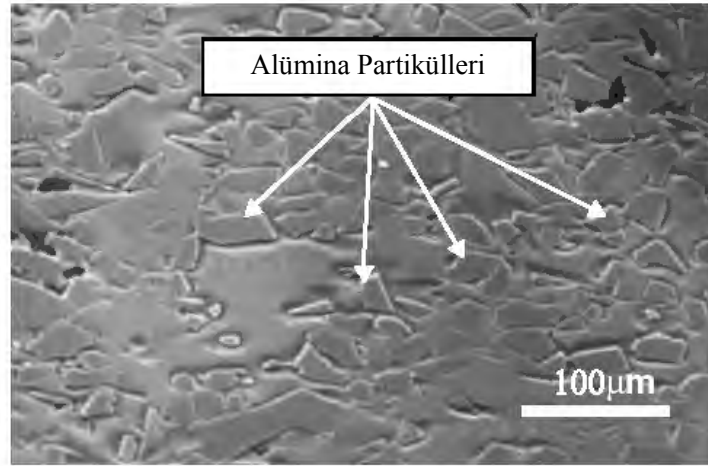
Camsı yapı içerisine ikincil bir kristal faz katkısıyla elde edilirler. Böylece yüksek tokluk ve sertlik değerine ulaşılmaktadır. Mukavemet bakımından çok iyi olmasına rağmen üretimde şekil verilebilirliklerinin güçlüğü, renk farklılığından ve ısı genleşme katsayısının diş seramikleriyle uyumsuz oluşlarından dolayı silisyum nitrit ve silisyum karbür gibi malzemelerin ikincil faz formunda kullanımları uygun değildir. Beyaz renkleri ve sert karakterlerinden dolayı çoğu diş seramiklerinde takviye malzeme olarak alümina ve zirkonya tercih edilmektedir. Bunun yanı sıra lüsit ve magnezya (MgO) takviyeli porselenlerde mevcuttur. Yapılan ilaveler ile kırılma dayanımı artırılan porselenlerin metal desteksiz diş protezlerinde seramik destek olarak kullanımları mümkündür.

4.1.1. Lüsit ile kuvvetlendirilmiş porselenler

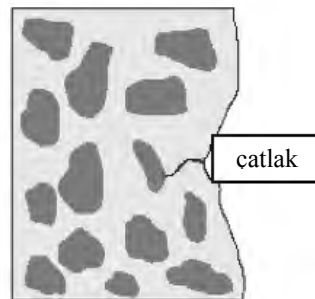
Bu porselenlerin en tipik örneği % 45 tetragonal lüsit (KAlSi_2O_6) içeriğine sahip Optec HSP (Jeneric/Pentron Inc.) porselenidir [14, 78, 79]. Metal-seramik sistemlerinde kullanılan porselenler ile karşılaştırıldığında yüksek miktarda lüsit içeriği porselenin kırılma dayanımını arttırmaktadır [14, 80]. Söz konusu artış lüsit ($25-25 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) ve camsı faz ($8-10 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) arasındaki genleşme katsayısı farkından kaynaklanmaktadır. Soğuma sırasında lüsit kristallerini çevreleyen camsı fazda genleşme farkından kaynaklanan basma gerilmeleri ortaya çıkar. Bu gerilmeler oluşacak çatlağın saptırılmasında ve zayıf camsı fazın güçlendirilerek çatlağın ilerlemesinin engellenmesinde önemli rol oynar [14, 80].

4.1.2. Alümina ile kuvvetlendirilmiş porselenler

Camsı yapı içinde kristal fazların homojen bir biçimde dağıtılmasıyla yapının kuvvetlendirilmesinin en tipik örneği alümina takviyeli destek porselenleridir [14, 81]. İlk alümina takviyeli destek porselenleri 1960'lı yıllarda Hughes ve McLean tarafından bulunmuştur. Bu porselenler ağırlıkça % 40-50 alümina içeriğine sahiptir (Şekil 4.1) [31]. Alümina, yüksek elastik modüle (350 GPa) ve kırılma tokluğuna ($3,5-4 \text{ MPa.m}^{1/2}$) sahiptir ve zayıf camsı yapıda çatlak ilerlemesinin engellenmesi ve durdurulması görevini üstlenmektedir (Şekil 4.2). Normal bir feldispatik porselenin kırılma dayanımı 60-65 MPa iken, alümina takviyeli porselenlerde bu değer 120-150 MPa'a yükselmektedir.



Şekil 4.1. Alümina takviyeli porselenin mikroyapı görüntüsü [32]



Şekil 4.2. Alümina taneciklerinin çatlak önlemesi [32]

4.1.3. Magnezya ile kuvvetlendirilmiş porselenler

Magnezya takviyeli destek porselenleri 1985 yılında geliştirilmiştir [82]. Genleşme katsayıları ($14,5 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$) metal üzerine uygulanan dentin ve mine porselenlerinininkine ($13,5 \times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$) yakındır. Kırılma dayanımları (131 MPa) geleneksel feldispatik porseleninin (60-65 MPa) yaklaşık iki katıdır. Kullanılan magnezya ile silikanın 1100-1150 $^{\circ}\text{C}$ 'de reaksiyonu sonucu bekleme süresine bağlı olarak farklı miktarlarda forsterit (Mg_2SiO_4) kristalleri oluşur. Bu ince kristaller porselenin kuvvetlendirilmesinde önemli rol oynamaktadır [83].

4.1.4. Zirkonya ile kuvvetlendirilmiş porselenler

Geleneksel feldispatik porselenlerin yapısına tetragonal zirkonya fiberlerinin ilavesiyle zirkonya takviyeli destek porselenleri elde edilmiştir (Mirage II, Myron International). “5. Zirkonya” bölümünde detaylı biçimde sunulan zirkonyanın dönüşüm toklaştırma mekanizması ile porselenin kırılma tokluğunda, kırılma dayanımında ve ısıl şok dayanımında önemli artışlar meydana gelmiştir [14, 84, 85]. Fakat, zirkonya ilavesinin porselenin ışık geçirgenliği ve ergime sıcaklığı üzerinde olumsuz etkileri de söz konusudur [14, 86].

4.2. Cam-Seramikler

Cam-seramikler ilk olarak 1950'lerin ortalarında S.D. Stookey tarafından geliştirilmişlerdir. Uygun bileşimdeki camın kontrollü ısıl işlem ile kristallendirilmesi sonucu elde edilen seramik malzemelerdir. Camın kontrollü kristallendirilmesi sayesinde cam içinde dağılmış ince kristaller oluşur. Bunların sayısı, büyüme hızı ve sonuç olarak boyutu ısıl işlem sıcaklığı ve süresi ile ilgilidir [32, 46]. Cam-seramiğin yüksek mekanik dayanım sergilemesi için kristal sayılarının fazla olması ve camı yapıda homojen bir biçimde dağılımları gerekmektedir. Çoğu cam-seramiğin opak karakterlerinden dolayı diş uygulamalarında kullanımları uygun değildir. Diş

protezlerinde genellikle lüsit, mika ve lityum disilikat ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) cam-seramikleri kullanılmaktadır.

4.2.1. Lüsit cam-seramikleri

IPS Empress (Ivoclar Vivadent®, FL-Schaan) ve Optec® OPC (Jeneric Pentron, D-Kusterdingen) bu kategorideki en önemli ticari porselenlerdir. Lüsit cam-seramiklerinden seramik destek hazırlanmasında pres tekniği veya Cad/Cam teknolojisi kullanılmaktadır. Işık geçirgenliklerinin yüksek olması estetik protezlerin yapılmasına olanak sağlar [76, 87-89]. Söz konusu cam-seramik desteklerin kırılma mukavemeti 105-120 MPa, kırılma tokluğu $1,5-1,7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ arasındadır [76, 90-93].

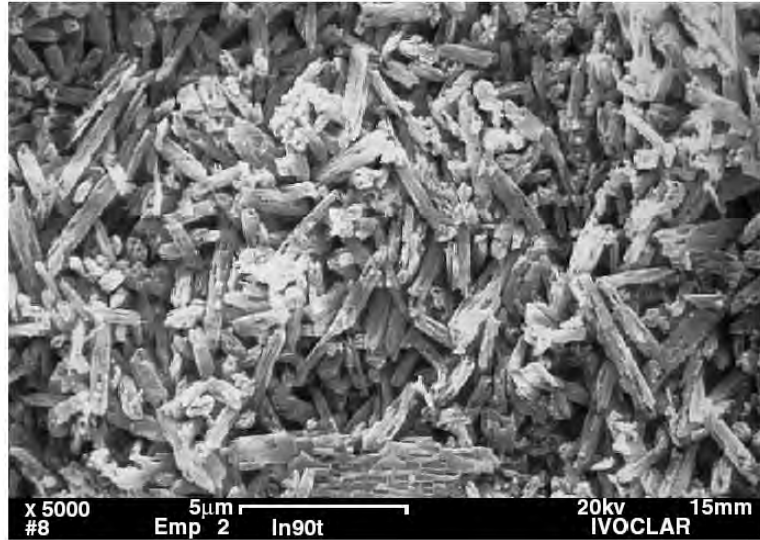
4.2.2. Mika cam-seramikleri

Dicor (Dentsply Inc. York, PA) mika esaslı bir cam-seramiktir. Diş uygulamalarında iki tür Dicor cam-seramik kullanılmaktadır. Birinci tipi dökülebilir, ikinci tipi ise Cad/Cam tekniği ile işlenebilir cam-seramiktir. Dicorların işlenebilirliğini mümkün kılan yapısını oluşturan tetrasilikat floramika ($\text{KMg}_{2,5}\text{Si}_4\text{O}_{10}\text{F}_2$) kristallerinin varlığıdır [94]. Dicor cam-seramiklerinin yarı ışık geçirgenliği estetik açıdan oldukça önemlidir. 153 MPa 'lık kırılma mukavemeti ve $7,2 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ısı genleşme katsayısı değerine sahiptirler. Klinik araştırmalar Dicor'un oldukça iyi aşınma özelliği sergilediğini göstermiştir [46, 95]. Destek metal, kron dökümüne benzer bir teknikle hazırlanır. İlk önce cam pelet özel tasarlanmış fırına sahip döküm makinesine yerleştirilir. Sıcaklık artışı ile pelet akışkan hale gelir ve $1370 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de 6 dakika beklemenin ardından eriyik cam kalıp içerisine akar. 4 dakika bekleme sonrası kalıp oda sıcaklığına soğutulur ve döküm cam diş elde edilir. Akabinde numuneye $1075 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de 6 saat ısı işlem uygulanır [46]. Son olarak temizlenen örnek üzerine diş teknisyenleri tarafından porselen ve sır uygulaması yapılır. Diğer teknikte ise pelet halinde elde edilen cam-seramik otomatik işlenerek destek elde edilir.

Mika cam-seramiğin tercih edilen uygulama alanları veneer, inley, onley ve kron uygulamalarıdır. Dicor cam-seramiklerin köprü uygulamalarında kullanımı tavsiye edilmemektedir.

4.2.3. Lityum disilikat cam-seramikleri

Empress II® (Ivoclar, Schaan, Liechtenstein) bu alandaki en önemli destek porselenidir. Yapısında hacimce % 70 lityum disilikat ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$) kristali mevcuttur. Lityum disilikat rastgele yönlenmiş, birbirlerinin içine geçmiş, çubuksu kristallerden oluşan sıra dışı bir mikro yapıya sahiptir (Şekil 4.3).



Şekil 4.3. Lityum disilikat cam-seramiğinin SEM görüntüsü [32]

Bu kristaller oluşan çatlağın yönünün değiştirilmesi ve ilerlemesinin durdurulmasına önemli katkı da bulunarak sistemin kırılma dayanımının artmasını sağlarlar. Söz konusu cam-seramiklerin mekanik özellikleri lüsit cam-seramiklerinkinden çok daha yüksektir. Kırılma dayanımları 350-450 MPa, kırılma toklukları ise $2,8-3,5 \text{ MPa.m}^{1/2}$ arasında değişmektedir [32, 76, 96, 97]. Yapılan çalışmalar lityum disilikat cam-seramiklerinin arka bölgedeki dişlerin köprü protezlerinde destek olarak kullanılabileceğini göstermiştir [46, 76, 98, 99].

4.3. Cam Emdirilmiş Seramikler

Yarı sinterlenmiş seramiğe, düşük viskoziteye sahip ergimiş lantanyum borat camının emdirilmesiyle elde edilirler. Yarı sinterlenmiş seramik olarak spinel, alümina ve alümina-zirkonya kullanılmaktadır.

4.3.1 Spinel sistemi

Spinel sistemi olarak In-Ceram Spinel[®] (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) mevcuttur. Yarı sinterlenmiş $MgAl_2O_4$ yapısına camın emdirilmesiyle elde edilir. Cam emdirilmiş seramikler içinde en düşük mekanik özelliklere sahip olanıdır. Kırılma mukavemeti 283-377 MPa arasında değişmektedir [76, 96, 100, 101]. Fakat ışık geçirgenliği açısından en iyi sistemdir. Bu yüzden ön dişlerin estetik uygulamalarında tercih edilmektedir [76, 102].

4.3.2. Alümina sistemi

Cam emdirilmiş alümina bu alandaki en popüler sistemlerden biridir. In-Ceram Alümina[®] (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany), Turcomcera ve Topceram olmak üzere üç adet ticari ürün bulunmaktadır. Söz konusu ürünler ile üretilen desteklerin kırılma dayanımı yaklaşık 236-600 MPa [76, 103, 104], kırılma tokluğu $3,1-4,61 \text{ MPa.m}^{1/2}$ arasındadır [76, 92, 105]. Ön ve arka dişlerde kron veya ön dişlerde üç üyeli köprü uygulamalarında kullanılmaları tavsiye edilmektedir [101, 106].

4.3.3. Alümina-zirkonya sistemi

Cam emdirilmiş alümina-zirkonya sistemi, alüminanın yaklaşık % 35 kısmi kararlı zirkonya ile kuvvetlendirilmesi sonucu elde edilmiştir. Bu alanda kullanılan ürün In-Ceram Zirkonya[®] (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany)'dır. Cam

emdirilmiş seramikler içinde en yüksek mekanik özelliklere sahip olanıdır. Hazırlanan desteğin kırılma mukavemeti 421-800 MPa, kırılma tokluğu 6-8 MPa.m^{1/2}'dir [104, 107, 108]. Yüksek opaklık derecesinden dolayı arka bölgedeki dişlerin kron ve köprü protezlerinde kullanımı daha uygundur.

Cam emdirme yöntemiyle destek üretiminde In-Ceram ürünlerinde hem Cad/Cam hem de döküm çamuru (jel) yöntemi kullanılırken Turcomcera ve Topceram ürünlerinde sadece döküm çamuru tekniği söz konusudur.

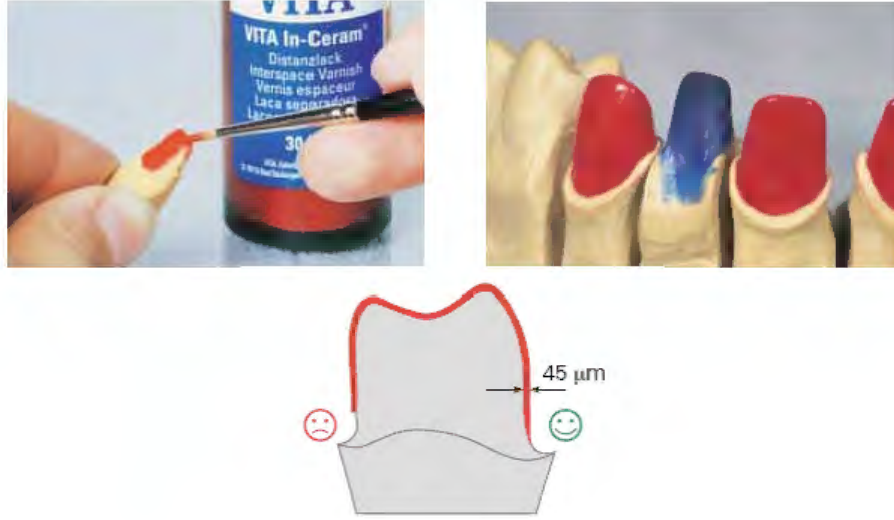
Cam Emdirilmiş Seramik Destek Hazırlanması

In-Ceram tekniği ile cam emdirilmiş destek hazırlama süreci şu şekildedir; İlk olarak sert alçı hekimden gelen ölçüye göre dökülerek güdüklü model elde edilir (Şekil 4.4). Modeldeki hatalar rötuşlandıktan sonra güdük üzerine 2-3 kat distanslak (mesafe verici) sürülür (Şekil 4.5). Bu işlem hazırlanacak desteğin pişirim sonucu küçülme payı için gereklidir.



Şekil 4.4. Hekimden gelen ölçüye göre hazırlanan güdüklü model [109]

Daha sonra dublikasyon işlemi için dublikat malzemesi hazırlanır ve güdük bunun içine batırılır (Şekil 4.6). Güdüğün şeklini alan fakat kullanılan distanslak sayesinde ~45 µm daha büyük elde edilen kalıbın içine hazırlanan refrakter özellikli alçı dökülerek nihai model elde edilir (Şekil 4.7).



Şekil 4.5. Gdk zerine distanslakin uygulanması [109]



Şekil 4.6. Dublikasyon malzemesinin hazırlanması [109]



Şekil 4.7. Alçı model eldesi [109]

Hazırlanan özel alçı model üzerine bir fırça ile, kullanılacak çamurun alçı üzerine uygulanması işleminde alçının su emmesini önlemek üzere yalıtım sıvısı sürülür. Daha sonra ortalama tane boyutu $\sim 3 \mu\text{m}$ olan spinel, alümina veya alümina-zirkonya toz kullanılarak döküm çamuru elde edilir (Şekil 4.8).



Şekil 4.8. Döküm çamurunun hazırlanması [109]

Hazırlanan çamur daha önce hazırlanan alçı model üzerine $\sim 0,5-1 \text{ mm}$ kalınlığında fırça yardımıyla titiz bir şekilde tatbik edilir ve üzerinde gerekli düzeltmeler yapılır (Şekil 4.9).

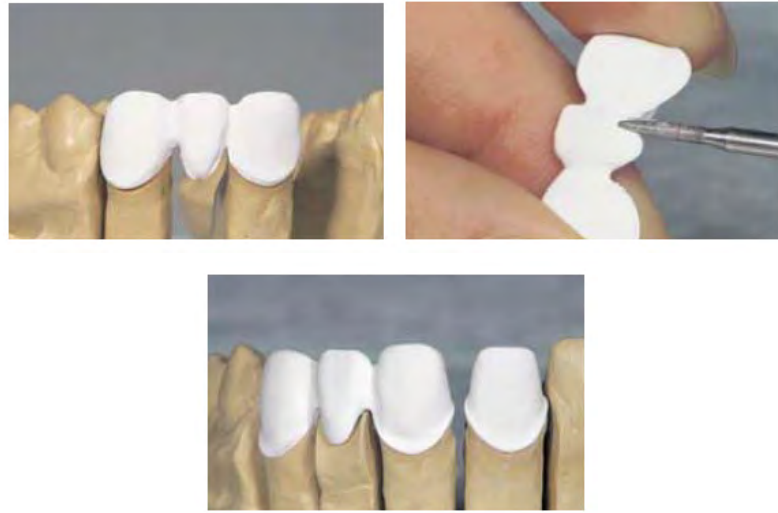


Şekil 4.9. Hazırlanan çamurunun alçı kalıp üzerine uygulanması [109]

Model üzerinde yaklaşık 1120°C 'de pişirimi gerçekleştirilen destek, pişirim sonrası model üzerinden kolaylıkla alınır (Şekil 4.10) ve gerekli rötuşları yapılarak nihai formuna getirilir (Şekil 4.11).



Şekil 4.10. Desteğin pişirilmesi [109]



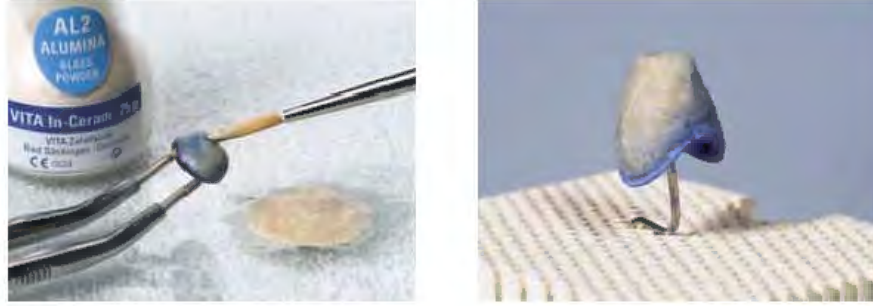
Şekil 4.11. Pişirilen desteğin rötuşlanarak son şekline getirilmesi [109]

Pişirilen desteğin mukavemeti çok düşük olduğundan rötuşlama işlemi sırasında oldukça hassas bir biçimde çalışmak gerekmektedir. Destek, üretimi sırasında en sık bu aşamada kırılmaktadır. Cam emdirme işlemine geçilmeden önce destek özel bir sıvı ile çatlak kontrol testine tabi tutulur. Eğer, destekte bir çatlak varsa yeniden yapılması gerekmektedir. Şekil 4.12'deki her iki resimde de soldaki kronlar hatasız, sağdakiler ise hatalıdır. Şayet hatasız üretilmiş bir destek ise cam emdirme işlemine geçilebilir.



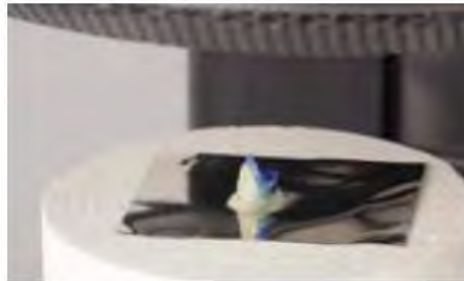
Şekil 4.12. Hazırlanan desteğe yapılan çatlak kontrol testi [109]

Ön sinterlemeye tabi tutulmuş, yaklaşık % 25-30 poroziteye sahip destek üzerine çamur formuna getirilmiş lantanyum borat camı fırça yardımı ile uygulanır (Şekil 4.13).



Şekil 4.13. Destek üzerine lantanyum borat camının uygulanması [109]

Desteğin pişirim işlemi platin folyo üzerinde yaklaşık 1110 °C'de gerçekleştirilir (Şekil 4.14). Pişirim sonunda destek üzerinde tebeşir görünümünde cam emmemiş bölge varsa (Şekil 4.15) cam emdirme işlemi tekrarlanır.

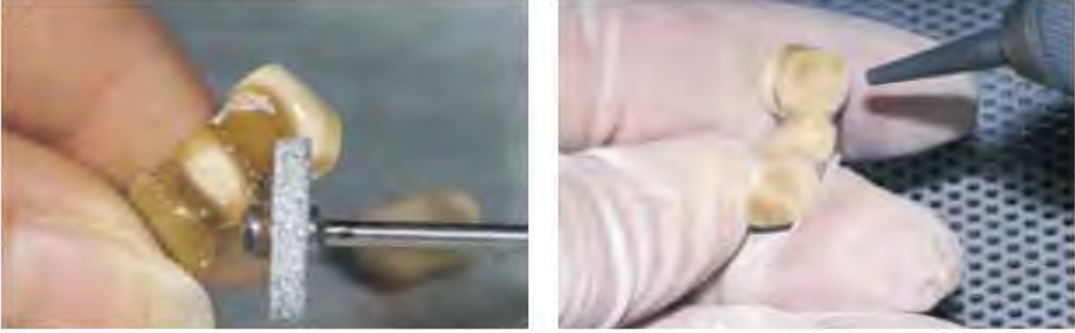


Şekil 4.14. Desteğin cam emdirme pişirimine tabi tutulması [109]



Şekil 4.15. Cam emdirme işlemi sonrası çekirdeğin kontrolü [109]

Camın fazlalığı büyük grenli bir elmas fireze ile aşındırılır ve sonrasında destek 50 μ m tane boyutuna sahip alüminyum oksit ile kumlanır (Şekil 4.16)



Şekil 4.16. Destekteki fazla camın aşındırma ve kumlama ile temizlenmesi [109]

Kumlama işlemi sonunda destek son kez cam emdirme kontrolü için 1000 °C’de pişirilir ve alüminyum oksit tozu ile kumlanarak nihai formunda elde edilir (Şekil 4.17).



Şekil 4.17. Cam emdirme işlemi tamamlanmış desteğin nihai görüntüsü [109]

Son olarak destek üzerine uygun porselen tozu uygulanarak cam emdirilmiş seramik destekli protez elde edilir (Şekil 4.18).



Şekil 4.18. Cam emdirilmiş seramik destek kullanılarak tamamlanmış kron görüntüsü [109]

4.4. Tamamen Sinterlenmiş Seramikler

Zirkonya ve alüminanın beyaz rengi, biyo-uyumluluğu ve yüksek mekanik özellikleri kron ve köprü uygulamalarında destek olarak kullanılmalarını mümkün kılmaktadır. Cam emdirilmiş seramiklerden farklı olarak sinterlenmiş seramikten hazırlanan desteklerde camsı faz yoktur. Alümina ve zirkonya gibi çok kristalli seramiklerin tamamen sinterlenmesiyle elde edilirler. Destekler Cad/Cam teknolojisine sahip otomatik ya da manüel cihazlarda blok formundaki ürünlerin işlenmesiyle üretilirler. Manüel cihazlarda sadece yarı sinterlenmiş bloklar işlenip sonrasında hazırlanan destekler sinterlenirken, otomatik cihazlarda tamamen sinterlenmiş bloklar da işlenebilmektedir.

4.4.1. Alümina

Alümina, diş porselenlerinde yapıyı kuvvetlendirici katkı maddesi olarak uzun yıllardan beri kullanılmaktadır. 1993 yılında Andersson ve Ogen tarafından ilk kez tek başına seramik destek malzemesi olarak kullanılmıştır [110, 111]. Ticari olarak Procera AllCeram Alümina (Nobel Biocare AB, Gotenburg, Sweden), Vita In-Ceram

AL (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) ve Techceram (Techceram Ltd, Shipley, UK) isimli ürünler bulunmaktadır.

Techceram sisteminde hastanın ağzından diş hekimi tarafından alınan ölçü Techceram Ltd. laboratuvarlarına gönderilir. Burada ölçüye göre özel refrakter kalıp hazırlanır ve ısı püskürtme tekniği ile istenilen kalınlıkta (0,5 mm) alümina ile kaplanır. Sonrasında alümina destek pişirilerek üzerine porselen uygulanması için hazır hale getirilir. Yaklaşık 300 MPa kırılma mukavemetine sahip desteğin ön ve arka dişlerde tek kron uygulamalarında kullanımı tavsiye edilmektedir [32, 110].

Procera AllCeram Alümina sisteminde hastanın ağzından alınan ölçüye göre laboratuvarlarda model hazırlanır ve özel tarayıcı ile taranarak bir modem aracılığıyla Procera'nın Stockholm'deki merkez laboratuvarının sistemine aktarılır. Burada özel yöntemler ile işlenen alümina destek yaklaşık 1600 °C'de sinterlenerek son halini alır ve porselen uygulaması için laboratuvara geri gönderilir. Sinterlenmiş Procera AllCeram Alümina desteğin kırılma dayanımı 487-699 MPa kırılma tokluğu 4,5-6 MPa.m^{1/2}'dir [32, 50, 76, 87, 105, 106, 112]. Ön ve arka dişlerde kron uygulamalarında kullanılması önerilmektedir.

Vita In-Ceram AL sistemi Procera sistemine benzerdir fakat tüm işlemler kendi laboratuvarlarında diş teknisyenleri tarafından yapıldığı için daha pratiktir.

4.4.2. Zirkonya

Yitriya ile kararlı hale getirilmiş tetragonal zirkonya mükemmel mekanik özelliği ve biyo uyumluluğu sayesinde biyomedikal uygulamalarda ilk olarak ortopedi alanında kalça eklemlerinde kullanılmıştır [87, 113, 114]. Dişçilikte ise zirkonya, ortodonti uygulamalarında [87, 115], post ve destek sistemlerinde [87, 116-120] ve implantlarda [87, 121, 122] tercih edilmektedir. Bunların içinde kron ve köprü protezlerinde seramik destek olarak kullanımı en büyük dilimi oluşturmaktadır. 900-1200 MPa kırılma mukavemeti ve 9-10 MPa.m^{1/2} kırılma tokluğu zirkonyanın ön ve arka dişlerde hem kron hem de köprü uygulamalarında kullanımını mümkün kılmaktadır [69, 76, 123]. Zirkonya destek yarı sinterlenmiş (Lava, 3M Espe Dental

AG, Seefeld; Cercon, DeguDent, Hanau; Cerec InLab, Sirona Dental Systems, Bensheim; Procera AllZirkon, Nobel Biocare AB, Gotenburg, Sweden; Ice Zirkon, ZirkonZahn, Italy) ve tamamen sinterlenmiş blokların (DC-Zirkon, DCS Precident, DCS Dental AG, CH-Allschwill; Z-Blanks, Everest) Cad/Cam sistemine sahip otomatik veya manüel cihazlarda işlenmesiyle elde edilir. Yarı sinterlenmiş bloklardan hazırlanan desteklerin sinterlenmesi ile % 20-25 küçülme meydana gelir [76, 77]. Bu küçülme göz önüne alınarak bloklar söz konusu oranda büyük işlenir. Yarı sinterlenmiş blokların işlenmesi hem daha kolay hem de daha hızlıdır [76, 124]. Tamamen sinterlenmiş bloklarda işleme istenilen ölçüyle bire bir yapılır. Yarı sinterlenmiş bloklar ile hazırlanan desteklerde görülen küçülmeden kaynaklanan problemler yaşanmaz fakat tam sinterlenmiş blokların işlenmesi daha yavaş ve kullanılan elmas frezlerden dolayı maliyetlidir. Aynı zamanda işleme sırasında kılcal çatlakların oluşması olasıdır [69, 76].

Tamamen Sinterlenmiş Seramik Desek Hazırlanması

Yarı sinterlenmiş bloklardan zirkonya veya alümina destek hazırlanmasında süreç kademeleri şu şekildedir;

İlk olarak diş hekimi tarafından hastanın ağzından alınan ölçüye göre diş teknisyeni yapılacak dişin mum, akrilik veya alçı modelajını hazırlar (Şekil 4.19). Bloklar Cad-Cam sistemine sahip otomatik cihazda işlenecek ise modelaj cihaza okutulur (Şekil 4.20).



Şekil 4.19. Mum modelaj [125]



Şekil 4.20. Mum modelajın cihaza okutulması [125]

Söz konusu şekil sinterlenme sonrası zirkonya veya alümina destekte meydana gelecek küçülme (% 20-25) hesaplanmış bir biçimde ilgili program ile bilgisayar ortamına üç boyutlu olarak aktarılır (Şekil 4.21). Eğer bloklar manüel olarak işlenecekse modelaj cihazın ilgili bölmesine yerleştirilir (Şekil 4.22).



Şekil 4.21. Vita Cad-Cam sistemi ve modelajın bilgisayar ortamındaki görüntüsü [126]



Şekil 4.22. Manüel cihaza yerleştirilmiş modelaj ve zirkonya blok [127]

İşlenecek protezde yer alacak diş sayısına ve protezin şekline göre farklı şekillerde preslenmiş zirkonya (Şekil 4.23) veya alümina bloklar (Şekil 4.24) cihazlara yerleştirilerek otomatik (Şekil 4.25) veya manüel (Şekil 4.26) işlenir. Blokların otomatik işlenmesinde modeli daha önceden hafızasına yüklenmiş olan protezi cihaz el değmeden işler. Manüel işlemede ise cihazda birbirine bağlı ikişer adet kol ve tabla bulunmaktadır. Tablalardan birisinde mum modelaj, diğerinde ise işlenecek blok yer alır. Kollardan birinin ucuna küt burunlu okuyucu frez, diğerine ise kazıyıcı frez takılır. Diş teknisyeninin okuyucu frez ile mum modelajın üzerindeki her hareketi diğer kol vasıtası ile blok üzerine aktarılır ve yüksek devirde dönen frez ile blokların işlenmesi gerçekleştirilir (Şekil 4.22 ve 4.26). Bu işlem kazıyıcı frez koluna verilen açı sonucu otomatik sistemde olduğu gibi nihai ölçüden yaklaşık % 20-25 büyük olarak gerçekleşir.



Şekil 4.23. Farklı şekillerde üretilmiş zirkonya bloklar [128-130]



Şekil 4.24. Alümina bloklar [131]



Şekil 4.25. Bloğun otomatik cihazda işlenmesi [132, 133]



Şekil 4.26. Manüel sistemde blokların işlenmesi

İşlendikten sonra diş teknisyeni tarafından rötuşlanan destek (Şekil 4.27) diş hekiminin istediği renge uygun olacak şekilde özel renklendirici sıvı içerisinde bekletilerek renklendirilir (Şekil 4.28).



Şekil 4.27. Rötuşlanan zirkonya veya alümina destek



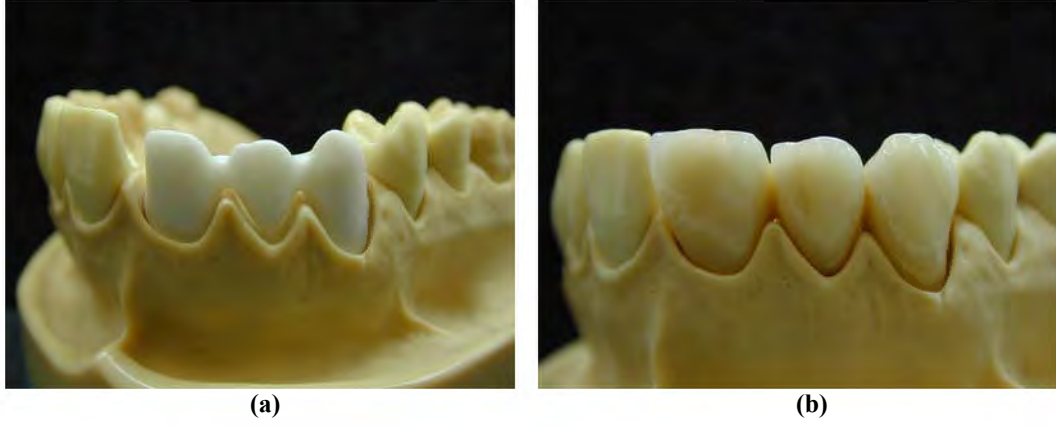
Şekil 4.28. Desteğin renklendirilmesi [134]

Renklendirilen destekler programı üretici tarafından yapılmış özel fırınlarda 1350-1530 °C’de sinterlenir (Şekil 4.29) ve son haline getirilir [Şekil 4.30 (a)].



Şekil 4.29. Desteklerin sinterlenmesi [134]

Sinterlenmiş destek üzerine diş teknisyeni tarafından metal destekli diş protezlerinde olduğu gibi opak, dentin ve mine porselen tozları uygulanır ve pişirim işlemi sonunda seramik destekli kron veya köprü uygulaması tamamlanır [Şekil 4.30 (b)].

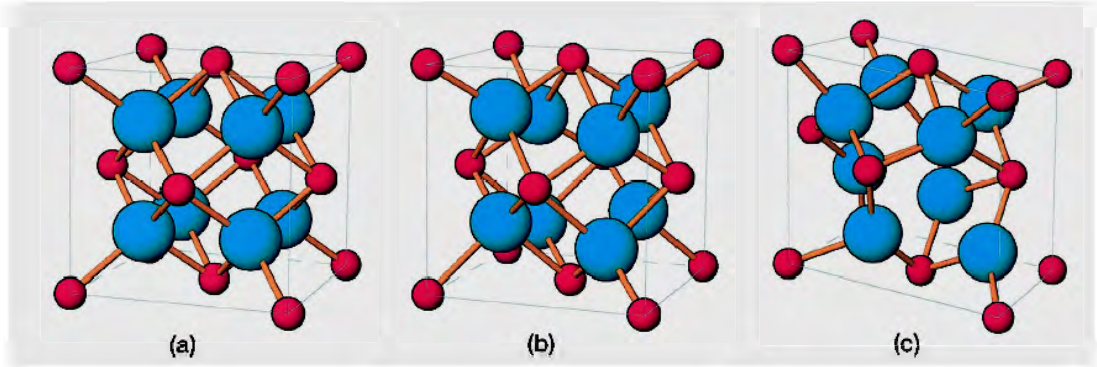


Şekil 4.30. Zirkonya veya alümina destek (a) ve tamamlanmış bir kron örneği (b)

5. ZİRKONYA

Zirkonyum, “Zr” sembolü ile ifade edilen, parlak, grimsi-beyaz renkli atom numarası 40 olan bir elementtir. Oda sıcaklığında katı formda bulunan zirkonyumun ergime noktası 1855 °C ve kaynama noktası 4409 °C’dir [135]. Zirkonyum hegzagonal kristal yapıya sahiptir ve yoğunluğu 6,49’dur. İlk olarak 1789 yılında Alman kimyacı Martin Klaproth tarafından keşfedilmiştir. Doğada saf halde bulunmayan zirkonyum ya silisyum oksit ile bileşik halinde (zirkon; $ZrO_2 \cdot SiO_2$) veya serbest oksit olarak (baddeleyit; ZrO_2) mevcuttur. Çeşitli safsızlıklara sahip bu mineraller doğrudan dışçılıkte kullanılamazlar. Ancak, karmaşık ve uzun süre alan saflaştırma işlemlerinden sonra seramik biyo-malzeme üretiminde kullanımları mümkündür [87, 114].

Saf zirkonya (ZrO_2) yüksek ergime sıcaklığına (2680 °C) ve düşük ısı iletkenliğe sahiptir. Fakat, zirkonyanın polimorfizm yani birkaç kristal yapıda bulunma hali seramik endüstrisinde kullanımını sınırlamaktadır. ZrO_2 ’nin monoklinik (m), tetragonal (t) ve kübik (c) olmak üzere üç kristalografik formu vardır (Şekil 5.1).

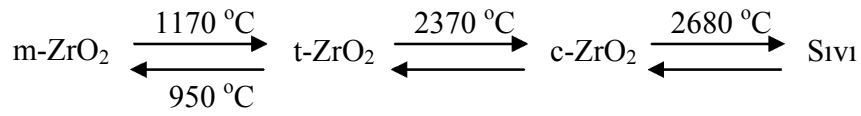


Şekil 5.1. Zirkonyanın üç polimorfunun (a: kübik, b: tetragonal, c: monoklinik) şematik gösterimi[136]

Isıtma ve soğutma sırasında zirkonyada faz dönüşümü meydana gelmektedir (Şekil 5.2). Monoklinik form oda sıcaklığından 1170 °C’ye kadar karardır. Bu sıcaklığın üzerinde monoklinik yapı hacimde % 5 azalma ile daha yoğun tetragonal

forma dönmekte ve yapıda çatlak oluşumuna yol açmaktadır. Tetragonal faz 1170-2370 °C arasında kararlı haldedir. [87, 123, 136-141]

Sıcaklık 2370 °C'nin üzerine çıktığında ZrO₂ kübik forma döner. Ters olarak soğuma sırasında t-m dönüşümü yaklaşık 950 °C'de % 3-5 hacim artışı ile meydana gelmekte ve bu durum ZrO₂ seramiklerinin yapısında çatlak oluşumu ile sonuçlanan gerilmelere sebep olmaktadır [87, 114, 123, 136-141].



Şekil 5.2. Sıcaklığa bağlı olarak zirkonyada meydana gelen faz dönüşümleri [137]

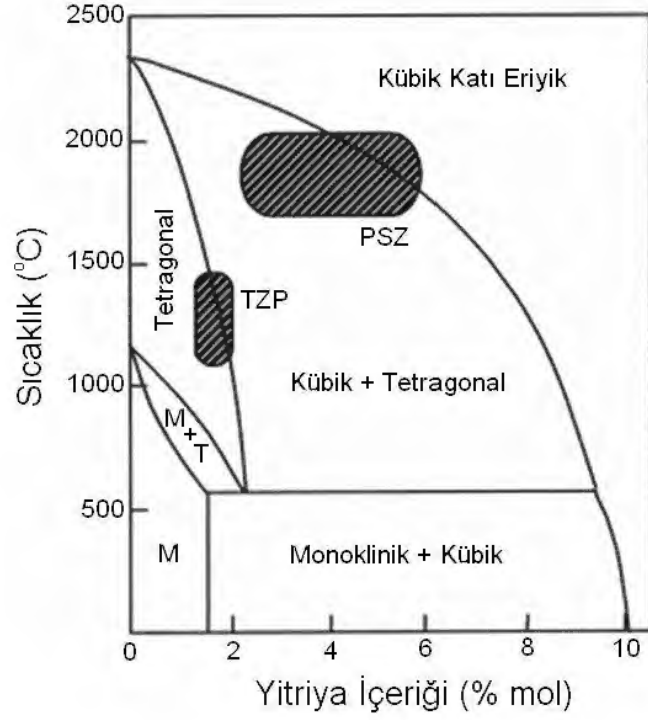
5.1. Kararlı Hale Getirilmiş (Stabilize Edilmiş) Zirkonya

Kalsiyum oksit (CaO), magnezyum oksit (MgO), seryum oksit (CeO₂) ve yitriyum oksit (Y₂O₃) gibi yapıyı kararlı kılıcı (stabilize edici) oksitlerin saf zirkonya içerisine ilave edilmeleri faz dönüşümlerini engellemekte ve oda sıcaklığında çok fazlı sistemlerin eldesine izin vermektedir. Meydana gelen söz konusu malzemeye kararlı hale getirilmiş (stabilize edilmiş) zirkonya denir [114, 123].

5.1.1. Tamamen kararlı hale getirilmiş zirkonya (FSZ)

Molce % 16 (ağırlıkça % 7,9) CaO, % 16 (ağırlıkça % 5,86) MgO veya % 8 (ağırlıkça 13,75) Y₂O₃ zirkonya içerisine ilave edildiğinde kübik formda tamamen kararlı hale getirilmiş (full stabilize; fully stabilised) zirkonya elde edilmekte ve oda sıcaklığından 2500 °C'ye kadar herhangi bir faz dönüşümüne uğramamaktadır (Şekil 5.3). Malzemenin sertliğindeki ve ısı şok dayanımındaki artış onu değerli bir refrakter ürün, öğütücü eleman ve mühendislik seramiği haline getirmektedir [142]. Ayrıca, yitriya ile tamamen kararlı hale getirilmiş zirkonya yüksek iyonik

iletkenliğinden dolayı oksijen sensörü ve katı oksit yakıt hücresi (SOFC) uygulamalarında yaygın bir şekilde kullanılmaktadır.

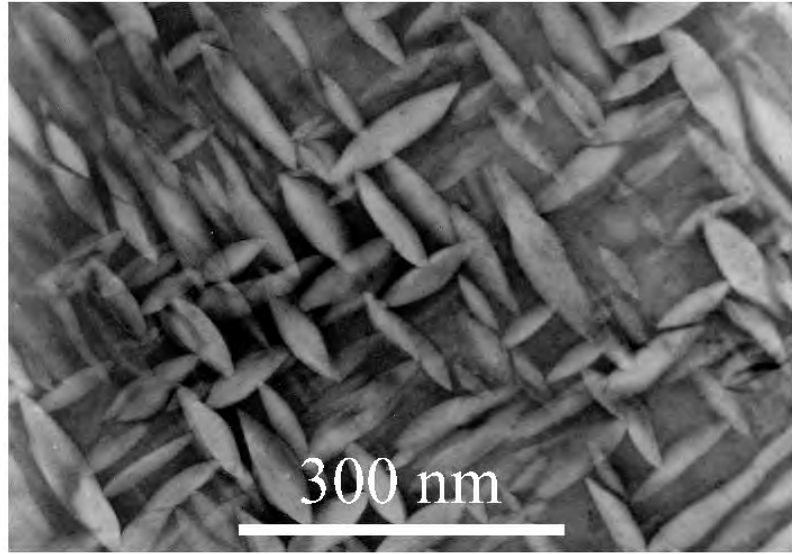


Şekil 5.3. Bileşim ve süreç sıcaklıklarına bağlı olarak zirkonya-itriya sistemindeki faz ilişkisi (M: monoklinik, T: tetragonal) [114, 137]

5.1.2. Yarı kararlı hale getirilmiş zirkonya (PSZ)

Yarı kararlı hale getirilmiş zirkonya, zirkonya polimorflarının karışımından meydana gelmektedir. Az miktarda kararlı hale getirici oksitlerin ilavesi ile 1000 °C'den daha düşük sıcaklıklarda kübik, monoklinik ve tetragonal fazları içeren PSZ üretilmektedir. PSZ eldesinde kullanılan diğer bir yöntem ise kübik fazın ısıtılma işlemi tabi tutulması ile kübik yapı içerisinde tetragonal formda çökeltilerin oluşturulmasıdır (Şekil 5.4). PSZ'de yer alan tetragonal yapılar ürüne yüksek mekanik özellikler kazandırmaktadır.

Seramik biyo-malzeme olarak birçok PSZ test edilmiştir. Mg-PSZ (MgO ile yarı kararlı hale getirilmiş zirkonya), en fazla kullanılan zirkonya esaslı mühendislik seramiklerinden birisidir [87, 143]. Fakat, malzeme yapısında kalan porozite, oldukça iri tane boyutu ve başlangıç Mg-PSZ malzemesinin saf olarak eldesindeki güçlük gibi sebepler seramik üreticilerinin Mg-PSZ'nin biyo-medikal uygulamalarda kullanımına olan ilgisini azaltmıştır [87, 114]. Üstün tokluk ($20 \text{ MPa.m}^{1/2}$) sergilemesine rağmen, seryum ilave edilmiş (doped) zirkonya seramiklerin bu alanda kullanımından neredeyse hiç bahsedilmemektedir [87, 144]. Son yıllarda söz konusu alanda en sık tercih edilen malzemeler arasında yitriya ile yarı kararlı hale getirilmiş zirkonya (Y-PSZ) gelmektedir.



Şekil 5.4. Mg-PSZ’de çökelen tetragonal zirkonya kristallerinin Geçirimli Elektron Mikroskobu (TEM) görüntüsü [136, 137, 141]

5.2. Yitriya ile Kararlı Hale Getirilmiş Çok Kristalli Tetragonal Zirkonya (Y-TZP, Yttrium oxide stabilised polycrystalline tetragonal zirconia)

Y-PSZ seramiklerinde bulunan tetragonal fazın mekanik özellikler üzerindeki olumlu etkisine rağmen ürünün tane boyutunun büyüklüğü ($50\text{-}100 \mu\text{m}$) önemli bir

dezavantajdır. Bunu ortadan kaldırmak için Y-TZP geliştirilmiştir. Kararlı hale getirici olarak zirkonya içerisine yaklaşık molce % 2-3 yitriya ilavesi zirkonyanın tamamen tetragonal formda ve çok küçük tane boyutunda sinterlenmesini mümkün kılmaktadır (Şekil 5.2). Aynı zamanda söz konusu ilave tetragonal-monoklinik faz dönüşüm sıcaklığını da düşürmektedir. Yapısında yarı kararlı formda bulunan küçük tetragonal taneler Y-TZP'ye mükemmel mekanik özellikler kazandırmaktadır (Çizelge 5.1) [87, 123].

Çizelge 5.1. Y-TZP'nin karakteristik özellikleri [87, 114]

Özellikler	Y-TZP
Kimyasal bileşim (%)	$ZrO_2 + 3 \text{ mol } Y_2O_3$
Yoğunluk (g/cm^3)	> 6
Porozite (%)	$< 0,1$
Eğme dayanımı (MPa)	900-1200
Basma dayanımı (MPa)	2000
Young modülü (GPa)	210
Kırılma tokluğu ($MPa \cdot m^{1/2}$)	7-10
Isıl genleşme katsayısı (K^{-1})	11×10^{-6}
Isıl iletkenlik ($W \cdot m \cdot K^{-1}$)	2
Sertlik (HV)	1200

Oda sıcaklığında korunan tetragonal fazın dağılımı süreç sıcaklığına, yitriya miktarına, tanelerin boyutu ve ana faz tarafından sıkıştırılma kuvvetine bağlıdır [87, 114]. Y_2O_3 'ün daha yüksek miktarlarda kullanılması durumunda ise kırılma dayanımı çok düşük olan kübik yapıda tam kararlı zirkonya elde edilmektedir [87, 145].

Y-TZP'nin en büyük dezavantajı küçük tane boyutundan dolayı 130-500 °C sıcaklığa sahip sıvıya, neme veya su buharına maruz kalması durumunda yüzeyde yarı kararlı formdaki tetragonal tanelerin kendiliğinden monoklinik hale dönmesidir.

Bu dönüşüm yüzeyde kılcal çatlağa yol açmakta ve ürünün mekanik özelliklerinde düşüş meydana getirmektedir [136-141, 146].

5.3. Dönüşüm Toklaştırması

İlk kez Garvie, Hannink ve Pascoe günümüzdeki çalışmalara temel oluşturan “Ceramic Steel” adlı makaleleri ile bir çatlağın önündeki gerilme alanı etkisi ile yarı kararlı tetragonal zirkonya tanelerinin monoklinik forma dönmeleri sonucu zirkonyanın seramiklerin hem dayanımını hem de tokluğunu artırma potansiyeline sahip olduğunu belirtmişlerdir [141].

İki fazlı seramiklerde meydana gelen çatlak saptırma mekanizması dışında zirkonyanın seramiklerin tokluğunu artırması, tetragonal-monoklinik faz dönüşümü prensibine dayanan iki farklı mekanizma ile açıklanmaktadır.

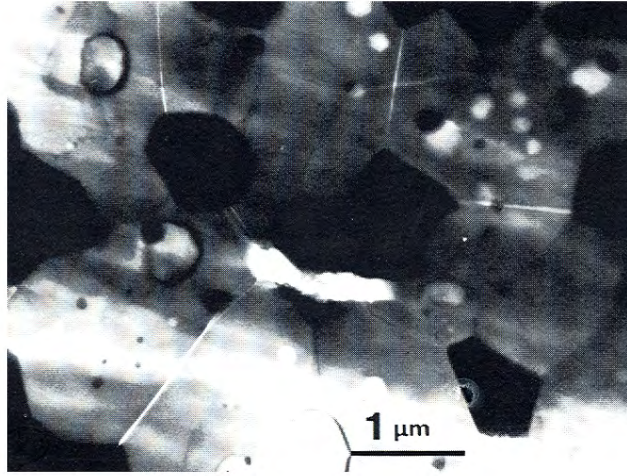
5.3.1. Mikro çatlak oluşumu

Mikro çatlak oluşumu bir seramik matris (kübik zirkonya veya alümina gibi) içinde bulunan zirkonya tanelerinden kaynaklanmaktadır. Soğuma sırasında dönüşüm sıcaklığında (T_{t-m}) tetragonal zirkonya tanelerinin monokliniğe dönmesiyle meydana gelen % 3-5 hacimsel genleşme, dönüşüme uğramış zirkonya taneleri etrafında çatlak oluşumuna yol açmaktadır (Şekil 5.5 ve 5.6).



Şekil 5.5. Tetragonal-monoklinik faz dönüşümü sonucu zirkonya tanelerinin etrafında mikro çatlak oluşumu [141]

Söz konusu mikro çatlaklar yapı içinde ortaya çıkan ve ilerleyen çatlağı saptırarak, enerjisini sönümleyerek seramiklerin tokluklarını arttırmaktadır (Şekil 5.5). Maksimum tokluk eldesi için yapı içinde oluşturulacak ZrO_2 hataları optimum seviyede olmalıdır. Aksi taktirde meydana gelecek mikro çatlaklar bir birleriyle etkileşeceğinden tokluk ve kırılma dayanımında azalma gözlenecektir [141].



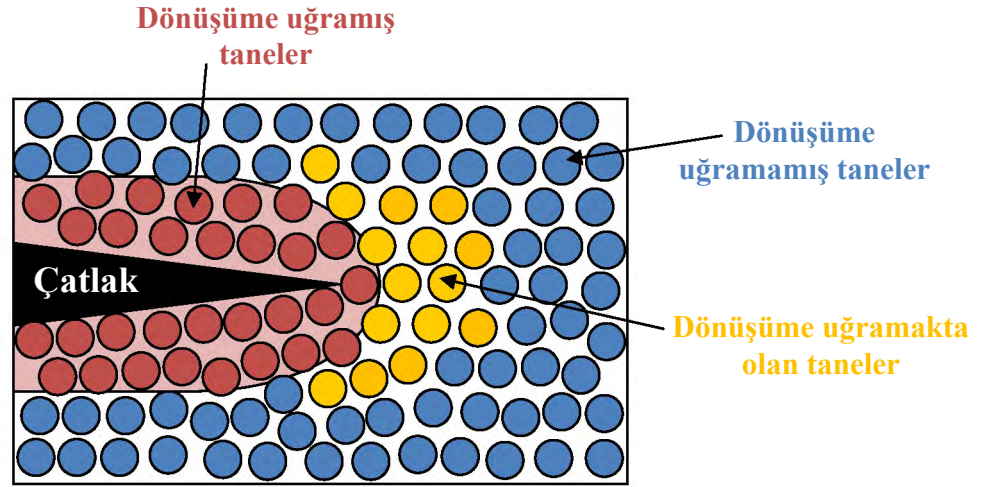
Şekil 5.6. Alümina-zirkonya malzemesinde koyu olarak görülen zirkonya tanelerinin etrafında oluşan mikro çatlakları gösteren TEM görüntüsü [141]

5.3.2. Gerilim arttırımıyla (Stress-induced) dönüşüm toklaştırması

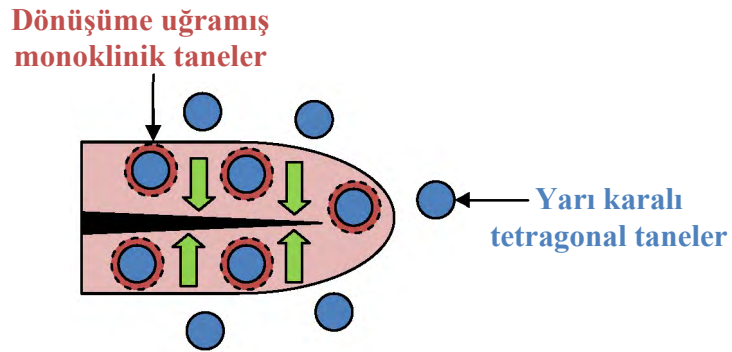
Şayet zirkonya taneleri oldukça küçük, iyi dağılmış ve matris tarafından sınırlandırıcı bir kuvvet ile hareketleri engellenmiş ise yapı içinde yarı kararlı tetragonal formda kalabilir [87, 123]. Söz konusu taneler alümina-zirkonya sistemindeki gibi üretim aşamasında ikincil faz olarak ilave edilmiş veya kübik zirkonya matrisin içinde tetragonal katı çökeltilerin oluşmasındaki gibi ısı işlem sonucu meydana gelmiş olabilir.

Malzeme içinde çatlağın başlaması ve ilerlemesi durumunda ana yapı tarafından tetragonal ZrO_2 tanelerinin üzerlerindeki sınırlandırıcı güç ortadan kalkar ve çatlak nedeniyle taneler üzerlerinde meydana gelen çekme gerilmesi sonucu

monoklinik forma dönerler (Şekil 5.7) [87, 114]. Çeliklerde görülen martensitik dönüşüm şeklinde gerçekleşen tetragonal-monoklinik faz dönüşümü ile yapıda % 3-5'lik hacim artışı ve ~% 1-7 kayma gerilmesi meydana gelir. Bu durum çatlağın sebebiyet verdiği çekme gerilmesine karşılık matris içinde, özellikle de çatlağın ucunda bir basma gerilmesi alanı oluşturur. Bu şekilde çatlağın ilerlemesi engellenerek seramiklerin toklukları arttırılmaktadır (Şekil 5.8) [87, 114, 123].



Şekil 5.7. TZP içindeki stress-induced dönüşüm toklaştırma mekanizmasının şematik gösterimi



Şekil 5.8. Tetragonal-monoklinik faz dönüşümü ile çatlağın durdurulması

Söz konusu toklaştırma mekanizması için tetragonal-monoklinik faz dönüşümünün mutlaka gerçekleşmesi gerekmektedir. Bu yüzden yarı kararlı tetragonal zirkonya taneleri uygun tane boyutunda olmalıdır. Şayet taneler kritik

boyutun altında ise dönüşüm meydana gelmeyecek, tersi durumda ise taneler kendiliğinden dönüşüme uğrayacaktır.

5.4. Y-TZP'nin Biyo Uyumluluğu

İnsan nüfusunun bir bölümü paladyum ve nikel gibi soy ve temel metalleri içeren dental alaşımlara karşı aşırı hassasiyete sahiptir [87, 147]. Laboratuvar ortamında ve canlılar üzerinde yapılan çalışmalar yüksek saflıkta zirkonya tozunun kullanıldığı Y-TZP seramiklerinin biyo uyumluluğunun çok iyi olduğunu göstermiştir [87, 114, 123, 148-150]. Hatta Rimondini ve ark. [151] ile Scarano ve ark. [152] Y-TZP implantlarının etrafında oluşan bakterilerin titanyumdakinden daha az olduğunu belirtmişlerdir. Bu bulgular zirkonyum oksidin implant ve diş alanında kullanımının sağlık açısından bir sorun teşkil etmediğini göstermektedir [152].

6. AMAÇ VE ÖNEM

Bu doktora tezinde temel olarak metal desteksiz diş porseleni protezlerinde kullanılan zirkonya desteğin üzerine uygulanacak opak, dentin, mine ve sır porselen tabakalarının üretimi ile karakterizasyonu amaçlanmıştır.

Literatürde, metal destekli porselen sistemleri ve özellikle lüsit cam-seramikleri üzerine kaleme alınmış pek çok makale göze çarpmaktadır [54, 79, 102, 153-174]. Ülkemizde de metal destekli porselenler ile ilgili sayıları azda olsa, yapılan lisans ve lisansüstü tez çalışmaları bulunmaktadır [25, 175-180]. Fakat, metal desteksiz porselen sistemleri ile ilgili araştırmalar oldukça kısıtlıdır [21, 181-183]. Diş porselenleri üzerine yürütülen araştırmaların büyük bir bölümü ticari ürünlerin mekanik özelliklerinin karşılaştırılması ve bunların uygulanmasına yönelik gerçekleştirilmiş, porselen tabakalarının üretimi ve karakterizasyonuna çok fazla değinilmemiştir.

Seramik destek ile ilgili çalışmalarda da benzer durum söz konusudur. Literatür incelendiğinde, ticari preslenmiş cam-seramik, cam-emdirilmiş alümina veya alümina-zirkonya ve sinterlenmiş zirkonya seramik destek ürünlerinin özelliklerinin birbiriyle karşılaştırıldığı makaleler göze çarpmaktadır [61, 64, 74, 103, 184-203]. Ancak bunlar da söz konusu ürünlerin eldesine ve detaylı karakterizasyona yer verilmemiştir.

Zirkonya destek üzerine yapılan literatür taramalarında da kullanılan zirkonya blokların üretimini, süreç basamaklarını ve parametrelerini, bunların son ürün özelliklerine etkisini irdeleyen bir çalışmaya rastlanmamıştır. Araştırmaların bir bölümü mevcut Cad/Cam sistemleri ve bunların uygulanması üzerine iken [3, 12, 69, 185, 204, 205] geri kalanı nem, sıcaklık ve aşındırma ile zirkonyanın özelliklerindeki değişiklikler üzerine yoğunlaşmıştır [206-213]. Ayrıca, diş uygulamalarında kullanılan zirkonya blokların ulusal alanda üretimi yapılmamakla birlikte, konuya dair herhangi bir bilimsel çalışma dahi bulunmamaktadır.

Mevcut çalışmada metal desteksiz diş protezlerinde kullanılan üç farklı ticari zirkonya (YZ cubes, Vita; Ice zirkon, Zirkonzahn; Cercon, Degudent) ve 2 farklı diş

porseleni tozunun (VM9, Vita; Cerabien CZR, Noritake) karakterizasyonu gerekleřtirilmiř, seramik destek yapımında kullanılan zirkonya bloęun üretiminde izlenen sre parametreleri ve bunların rne olan etkileri incelenmiř, sz konusu blok retilmiř, destek formunda iřlenmiř, zirkonya destek zerine uygulanacak opak, dentin, mine ve sır porselen tabakaları geliřtirilmiř, tm rnlerin karakterizasyonu ISO 6872 “Dental Ceramic” ve TS EN ISO 6872 “Diř Seramięi” standartlarına gre yapılmıř ve son olarak ayrı kalemler řeklinde retilen rnler bir arada kullanılarak metal desteksiz diř protezi elde edilmiřtir.

Bu alıřma ile ulusal ve uluslararası literatre nemli katkılarının yanı sıra, lkemizde ilgili alanda seramik/malzeme mhendisleri, diř hekimleri ve diř teknisyenlerince gerekleřtirilecek disiplinlerarası alıřmalara zemin hazırlanması, diř hekimlięinde kullanılan seramik esaslı malzemelerin tamamının yurt dıřından geldięi dřnldęnde Trkiye’nin kendi kendine yetebilmesi kapsamında nemli bir eksiklięin giderilmesi hedeflenmiřtir.

7. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

İlk önce, seramik destek olarak kullanılacak zirkonya alt yapılar hazırlanmış daha sonra da bu destekler üzerine uygulanacak porselen tabakaların (opak, dentin, mine ve sır) üretimleri gerçekleştirilmiştir.

7.1. Zirkonya Desteklerin Hazırlanması

7.1.1. Kullanılan hammaddeler

Zirkonya desteklerin üretiminde % 3 mol yitriya ile yarı kararlı hale getirilmiş (partially-stabilized) granül formunda iki farklı zirkonyum oksit tozu (TZP-1 ve TZP-2) kullanılmıştır. Tozlara ait bazı özellikler Çizelge 7.1’de verilmiştir.

Çizelge 7.1. Kullanılan zirkonya tozlarının teknik özellikleri

	Birim	TZP-1	TZP-2
ZrO ₂	%	88,47	88,34
HfO ₂	%	1,91	1,94
Y ₂ O ₃	%	5,55	5,78
Al ₂ O ₃	%	0,32	0,36
SiO ₂	%	0,04	0,04
Fe ₂ O ₃	%	0,05	0,05
Ateş Kaybı	%	3,66	3,49
Yüzey Alanı	(m ² /g)	~14,8	~6,6

7.1.2. Şekillendirme

Zirkonya blok üretilirken 35x76 mm ve 19x40 mm (genişlik x uzunluk) ebatlarında iki farklı kalıp kullanılmıştır (Şekil 7.1 ve 7.2). Numunelerin ön şekillendirilmeleri maksimum 11 ton yük uygulayabilen Carver marka tek eksenli el presinde ve 60 ton kapasiteli Erze Makine marka otomatik preste 70 MPa

basınç uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Şekillendirilen numuneler yüksek elastikliğe sahip kauçuk torba içerisine yerleştirilerek vakuma alınmış ve sızdırmazlıkları sağlandıktan sonra maksimum 420 MPa çalışma kapasiteli Stansted Fluid marka soğuk izostatik preste (CIP) 100-400 MPa basınç altında preslenmiştir.



Şekil 7.1. 35x76 mm ebatlarında el presi kalıbı ve şekillendirilen numuneler



Şekil 7.2. 19x40 mm ebatlarında el presi kalıbı ve şekillendirilen numuneler

Ayrıca, presleme tipinin zirkonya altyapıların özelliklerine etkisini incelemek amacıyla numuneler izostatik pres kullanılmadan Erze marka tek yönlü hidrolik preste, 50-200 MPa basınç ile 13x5 mm (çap x kalınlık) ebatında şekillendirilmiştir.

7.1.3. Bağlayıcı uzaklaştırma

Preslenen zirkonya numunelere uygulanan bağlayıcı uzaklaştırma işlemi Reta marka elektrikli fırında Çizelge 7.2’de belirtilen programa göre gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 7.2. Bağlayıcı uzaklaştırma pişiriminde kullanılan fırın programı

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Isıtma Hızı (°C/dk.)	Piştirim Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	Soğutma Süresi (dk.)
Bağlayıcı Uzaklaştırma	25	0,8	700	120	140

7.1.4. Ön sinterleme

Bağlayıcı giderme işlemi uygulanan numuneler 900-1200 °C arasında Reta marka fırında ön sinterlemeye tabi tutulmuş ve yaş yoğunlukları istenilen değerlere getirilmiştir.

7.1.5. Zirkonya bloğun işlenmesi

Bu aşamada hem manüel hem de Cad/Cam sistemine sahip iki farklı cihaz kullanılmıştır. Manüel olarak Zirkonzahn Firması'nın, Cad/Cam sistemi olarak ise Vita Firması'nın Sirona marka InLab MC XL model zirkonya işleme cihazı tercih edilmiştir.

Zirkonzahn Firması'na ait cihazda 35x16x76 mm (genişlik x kalınlık x uzunluk) ebatlarında hazırlanan zirkonya blok kullanılırken, Vita firmasına ait cihazda işlenmek üzere 19x16x40 mm (genişlik x kalınlık x uzunluk) ebatlarında blok üretilmiştir.

7.1.6. Sinterleme

Numunelerin sinterlenme işlemleri laboratuvar ortamında Carbolite marka alttan yüklemeli elektrikli fırında 1350-1530 °C’de 2 saatte gerçekleştirilmiştir (Çizelge 7.3).

Çizelge 7.3. Zirkonya numunelerin laboratuvar ortamında sinterlenmesinde kullanılan fırın programı

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Isıtma Hızı (°C/dk.)	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	Soğutma Süresi (dk.)
Zirkonya Sinterleme	25	15	1350 1530	120	300

Ayrıca, numuneler ticari firmaların pişirim koşullarına uygun olarak Zirkonzahn marka fırında 1500 °C’de 20 dakika (Çizelge 7.4), Vita Zrycomat marka fırında 1530 °C’de 2 saat (Çizelge 7.5) ve Cercon marka fırında 1350 °C’de 1,5 saat (Çizelge 7.6) sinterlemeye tabi tutulmuştur.

Çizelge 7.4. Zirkonzahn marka fırına ait sinterleme programı

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Isıtma Hızı (°C/dk.)	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	Soğutma Süresi (dk.)
Zirkonzahn	25	12	1500	20	300

Çizelge 7.5. Vita Zrycomat marka fırına ait sinterleme programı

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Isıtma Hızı (°C/dk.)	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	Soğutma Süresi (dk.)
Vita Sinterleme	25	17	1530	120	300

Çizelge 7.6. Cercon marka fırına ait sinterleme programı

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Isıtma Hızı (°C/dk.)	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	Soğutma Süresi (dk.)
Cercon Sinterleme	25	15	1350	90	300

7.2. Diş Porseleni Tabakalarının Üretimi

7.2.1. Kullanılan hammaddeler

Diş porseleni reçetelerinde Eczacıbaşı Karo Fabrikası'ndan temin edilen kuvars (Çizelge 7.7), borik asit (H_3BO_3), potasyum feldispat (Çizelge 7.8), sodyum feldispat (Çizelge 7.9), zirkon (Çizelge 7.10) kullanılmıştır.

Çizelge 7.7. Çalışmada kullanılan kuvarsın kimyasal analizi

Hammadde	SiO ₂	Al ₂ O ₃	*A.K
Kuvars	98,10	0,95	0,95

*A.K: Ateş kaybı.

Çizelge 7.8. Çalışmada kullanılan potasyum feldispatın kimyasal analizi

Hammadde	SiO ₂	Al ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	CaO	Fe ₂ O ₃	*A.K
K-Feldispat	74,50	13,30	8,06	2,82	0,32	0,24	0,76

*A.K: Ateş kaybı

Çizelge 7.9. Çalışmada kullanılan sodyum feldispatın kimyasal analizi

Hammadde	SiO ₂	Al ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O	CaO	P ₂ O ₅	*A.K
Na-Feldispat	69,20	18,00	0,22	11,20	0,69	0,12	0,57

*A.K: Ateş kaybı.

Çizelge 7.10. Çalışmada kullanılan zirkonun kimyasal analizi

Hammadde	ZrO ₂	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Y ₂ O ₃	HfO ₂	*A.K
Zirkon	63,20	33,70	0,71	0,17	1,40	0,82

*A.K: Ateş kaybı.

Ayrıca, çalışmada Sigma-Aldrich Firması'nın alüminyum oksit (% 99,7) baryum karbonat (% 99), Fluka Firması'na ait potasyum karbonat (% 99) ve kalsiyum karbonat (% 99), Merck Firması'nın sodyum karbonat (% 99), magnezyum karbonat (% 99), çinko oksit (% 99), lityum karbonat (% 99), Riedel-de Haën Firması'na ait kalay oksit (% 99), Stanford Materials Firması'ndan temin edilen % 3 mol Y₂O₃ içeriğine sahip zirkonya, H.C. Starck Firması'ndan alınan Y₂O₃ (% 99,1) ve Acros Firması'nın seryum oksit (% 99,9) tozundan faydalanılmıştır.

7.2.2. Yığın hazırlama ve karıştırma

Çizelge 7.11-7.14’de verilen oksit bileşimlerine göre opak (P.L), dentin (D), mine (E) ve sır (G) fritlerine ait hammaddeler hassas bir şekilde tartılarak kuru toz karıştırma cihazında 1 saat süreyle homojen hale getirilmiştir. Ayrıca, diş porseleni tozlarının hazırlanmasında ana bileşen olarak kullanılan B kodlu frite (Çizelge 7.15) ve çalışmada opak porselen tozunun ısı genleşme katsayısını ayarlamak için kullanılan L kodlu lüsit fritine (Çizelge 7.16) ait yığın da benzer bir işlemten geçirilmiştir.

Çizelge 7.11. Opak tabakasının yapımında kullanılan bazı firtilerin oksit bileşimleri (Ağırlıkça %)

Reçeteler	Li ₂ O	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	BaO	ZnO	ZrO ₂	SiO ₂	Al ₂ O ₃	B ₂ O ₃	Y ₂ O ₃
P.L1	-	2-5	10-17	-	-	0-3		50-70	10-20	-	0-5
P.L3	-	2-5	10-17	-	-	0-3	10-18	50-70	10-20	-	0-5
P.L4	-	2-5	10-17	-	-	0-3	-	50-70	10-20	3-7	0-5
P.L5	-	2-5	10-17	-	-	0-3	-	50-70	10-20	5-10	0-5
P.L6	-	2-5	10-17	-	-	0-3	-	50-70	10-20	10-20	0-5
P.L8	-	2-5	10-17	-	-	0-3	-	50-70	10-20	20-30	0-5
P.L10	5-10	2-5	10-17	-	-	0-3	-	50-70	10-20	20-30	0-5
P.L11	0-5	2-5	10-17	-	-	0-3	-	50-70	10-20	5-10	0-5
P.L12	0-3	2-5	10-17	-	-	0-3	-	50-70	10-20	5-10	0-5
P.L17	0-2	2-5	10-17	-	-	0-3	-	50-70	10-20	5-10	0-5

Çizelge 7.12. Dentin tabakasının yapımında kullanılan bazı firatlerin oksit bileşimleri (Ağırlıkça %)

Reçeteler	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	BaO	ZnO	ZrO ₂	SnO ₂	CeO ₂	SiO ₂	Al ₂ O ₃	B ₂ O ₃	Y ₂ O ₃
D1	5-15	5-15	0-5	0-3	-	-	-	0-1	50-70	10-20	-	-
D2	5-15	5-15	0-5	0-3	-	-	-	0-1	50-70	10-20	-	0-1
D3	5-15	5-15	0-5	0-3	-	-	-	0-1	50-70	10-20	1-3	-
D4	5-15	5-15	0-5	0-3	0-1	0-1	-	0-1	50-70	10-20	1-3	0-1
D5	5-15	5-15	0-5	0-3	0-1	0-1	0-1	0-1	50-70	10-20	1-3	0-1
D6	5-15	5-15	0-5	0-3	0-1	-	-	0-1	50-70	10-20	1-3	0-1
D7	5-15	5-15	0-5	0-3	0-1	-	-	0-1	50-70	10-20	1-3	-
D8	5-15	5-15	0-5	0-3	0-1	-	0-6	-	50-70	10-20	1-3	-

Çizelge 7.13. Mine tabakasının yapımında kullanılan bazı firitlerin oksit bileşimleri (Ağırlıkça %)

Reçeteler	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	BaO	ZnO	SnO ₂	CeO ₂	SiO ₂	Al ₂ O ₃	B ₂ O ₃
E1*	5-15	5-15	0-5	0-3	-	-	0-1	50-70	10-15	-
E2*	5-15	5-15	0-5	0-3	-	-	0-1	50-70	10-15	-
E3**	5-15	5-15	0-5	0-3	-	-	0-1	50-70	10-15	1-3
E4**	5-15	5-15	0-5	0-3	-	-	0-1	50-70	10-15	1-3
E5	5-15	5-15	0-5	0-3	-	-	0-1	50-70	10-15	1-3
E6	5-15	5-15	0-5	0-3	-	-	0-1	50-70	10-15	1-3
E7	5-15	5-15	0-5	0-3	-	-	0-1	50-70	10-15	1-3
E8	5-15	5-15	0-5	0-3	0-1	0-3	-	50-70	10-15	1-3

* ve **: Reçetelerinin kendi aralarında oksit bileşimleri aynıdır fakat Al₂O₃ kaynağı olarak farklı hammaddeler kullanılmıştır.

Çizelge 7.14. Sır tabakasının yapımında kullanılan bazı firitlelerin oksit bileşimleri (Ağırlıkça %)

Reçeteler	Li ₂ O	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	BaO	ZnO	SnO ₂	SiO ₂	Al ₂ O ₃	B ₂ O ₃
G1	-	5-10	0-5	5-10	0-1	1-3	0-1	1-3	60-80	0-10	1-10
G2*	-	10-20	5-10	0-1	-	-	0-1	-	50-70	10-20	5-15
G3	-	0-10	0-5	5-10	0-1	0-1	0-1	1-3	60-80	5-15	10-20
G4	-	10-20	5-10	0-1	-	-	0-1	-	45-55	10-20	15-20
G5	-	10-20	0-5	5-10	0-1	0-1	0-1	1-3	60-80	5-15	5-15
G6	-	10-20	5-10	0-1	-	-	0-1	-	45-55	10-20	5-15
G7	-	5-10	1-5	1-5	0-1	0-1	0-1	1-3	60-70	5-10	5-15
G8	-	10-20	5-10	0-1	-	-	0-1	-	45-55	10-20	10-20
G9	0-1	10-20	5-10	0-1	-	-	0-1	-	45-55	10-20	10-20
G10	1-3	10-20	5-10	0-1	-	-	0-1	-	45-55	10-20	10-20
G11**	1-3	1-10	5-10	0-1	-	-	0-1	-	45-55	10-20	10-20
G12***	-	10-20	5-10	0-1	-	-	0-1	-	45-55	10-20	10-20
G13	-	10-20	5-10	0-1	-	-	0-1	-	45-55	10-20	20-30
G14	-	10-20	1-5	0-1	-	-	0-1	-	45-55	10-20	20-30
G15**	1-5	5-15	5-10	0-1	-	-	0-1	-	45-55	10-20	10-20
G16***	-	10-20	5-10	0-1	-	-	0-1	-	45-55	10-20	10-20

Çizelge 7.14 (Devam). Sır tabakasının yapımında kullanılan bazı firitlerin oksit bileşimleri (Ağırlıkça %)

Reçeteler	Li ₂ O	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	MgO	BaO	ZnO	SnO ₂	SiO ₂	Al ₂ O ₃	B ₂ O ₃
G18***	-	15-25	5-10	0-1	-	-	0-1	-	45-55	10-20	10-20
G19***	-	15-25	5-10	0-1	-	-	0-1	-	45-55	10-20	10-20
G20**	1-5	5-15	5-10	0-1	-	-	0-1	-	45-55	10-20	10-20
G21*	-	10-20	5-10	0-1	-	-	0-1	-	50-60	10-20	10-20
G22	-	10-20	5-10	0-1	-	-	0-1	-	50-60	10-20	10-20
G24	-	10-20	5-10	0-1	-	-	0-1	-	50-60	10-20	10-20

*, ** ve ***: Reçetelerinin kendi aralarında oksit bileşimleri aynı fakat kullanılan hammaddeler farklıdır.

Çizelge 7.15. Diş porseleni tozlarının hazırlanmasında ana bileşen olarak kullanılan firitin oksit bileşim aralığı (Ağırlıkça %)

Reçete	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	BaO	Y ₂ O ₃	CeO ₂	SiO ₂	Al ₂ O ₃
B	1-10	5-15	2-7	1-5	0-1	0-3	50-70	5-18

Çizelge 7.16. Lüsit firitin oksit bileşim aralığı (Ağırlıkça %)

Reçete	Li ₂ O	Na ₂ O	K ₂ O	MgO	CeO ₂	SiO ₂	Al ₂ O ₃
L	1-5	1-5	8-16	0-2	0-1	50-70	12-25

7.2.3. Ergitme ve firitleştirme

Hazırlanan yığınlar platin kroze (% 99,7 platin ve % 0,3 iridyum) içerisinde, Protherm marka alttan yüklemeli (asansörlü) cam ergitme fırınında 1200-1500 °C'de 1-5 saatte ergitilmiştir. Ergitme işleminin sonunda eriyik suya dökülerek diş porseleni fritleri elde edilmiştir (Şekil 7.3).



Şekil 7.3. Üretilen B kodlu diş porseleni friti

7.2.4. Öğütme ve eleme

Elde edilen fritler fanlı etüvde kurutulduktan sonra Fritsch marka otomatik agat öğütücüde kuru olarak öğütülmüştür.

7.2.5. Lüsit üretimi

Çizelge 7.16'da belirtilen oksit bileşimine göre hazırlanan yığın platin kroze içerisinde 1232 °C'de 5 saatte ergitilmiş, sonrasında eriyik 1038 °C'ye soğutulup 4 saat bekletilerek lüsit kristallenmesi gerçekleştirilmiştir. Son olarak ergimiş cam suya dökülerek lüsit friti elde edilmiştir. Söz konusu frit öğütülerek tane boyutu 63 µm'nin altına indirilmiştir.

7.2.6. Diş porseleni tozlarının hazırlanması

Opak porselen tozlarının hazırlanması

Çalışmada farklı bileşimlerde opak diş porseleni tozları hazırlanmıştır. İlk olarak P.L kodlu firitlerin öğütülmesinden elde edilen tozlar ($< 63\mu\text{m}$) ile belli oranlarda ZrO_2 , SnO_2 ve TiO_2 (kullanılan toplam opaklaştırıcı miktarı; $\sim \% 30$) homojen bir şekilde karıştırılarak opak tozu elde edilmiştir (P.L1 - P.L20). Bir diğer denemede ise B firitinden hazırlanan tozlar ($< 63\mu\text{m}$) ile opaklaştırıcı tozlar karıştırılmıştır (P.L21 - P.L24). Elde edilen porselenin ısıl genleşme katsayısını arttırmak için B, L-lüsit firiti ($< 63\mu\text{m}$) ve opaklaştırıcı oksitler karıştırılarak opak porselen tozları oluşturulmuştur (P.L25 - P.L31). Son olarak opak porselen tozunun pişirim sıcaklığını düşürmek amacıyla B, L-lüsit, G11 ($< 38\mu\text{m}$) ve opaklaştırıcı ilaveler bir arada kullanılmıştır (P.L32 - P.L34). P.L33 opak tozunda kadar opaklaştırıcı olarak SnO_2 , ZrO_2 ve TiO_2 kullanılırken P.L34 tozunda TiO_2 yerine CeO_2 tercih edilmiştir.

Dentin ve mine porselen tozlarının hazırlanması

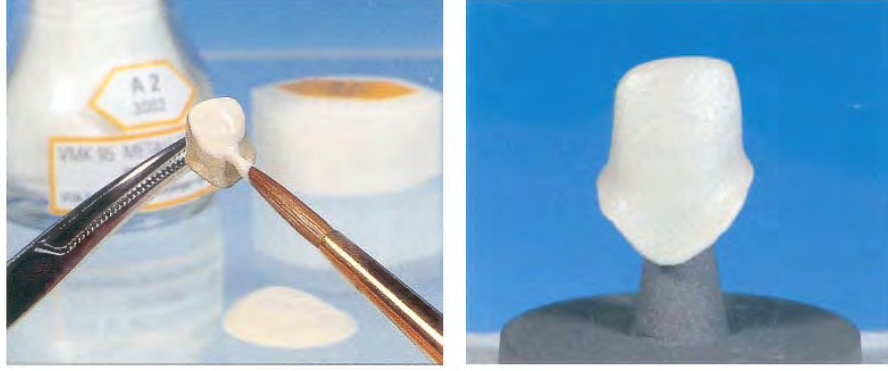
D ve E kodlu firitlerin $90\mu\text{m}$ altına öğütülmesiyle sırasıyla dentin ve mine porselen tozları elde edilmiştir. Fakat tek bir firitten hem dentin hem de mine tabakasını elde etmek, aynı zamanda pişirim sıcaklıklarını arttırmak amacıyla B firiti kullanılmış ve bu firit ile $\sim \% 1$ SnO_2 veya CeO_2 'nin karıştırılmasıyla dentin, $\sim \% 0,5$ ilgili opaklaştırıcıların karıştırılmasıyla da mine porselen tozları üretilmiştir (Z-Dentin ve Z-Mine).

Sır tozlarının hazırlanması

Sır tabakası olarak ise G kodlu firitlerden hazırlanan tozlar ($< 38\mu\text{m}$) ikinci bir katkı yapılmadan kullanılmıştır.

7.2.7. Diş porseleni tozlarının uygulanması ve pişirilmesi

Birinci tabaka olarak hazırlanan porselen tozu Keram&Keramik marka opak sıvısı (opaque liquid) ile karıştırılıp çamur kıvamına getirilmiş ve elde edilen çamur diş porseleni fırçası yardımı ile sinterlenmiş zirkonya destek üzerine sürülmüştür (Şekil 7.4).



Şekil 7.4. Opak tabakasının uygulanması ve pişirim sonrası görünüm [42]

P.L1-P.L31 kodlu opak porselen tabakalarının pişirimi Çizelge 7.17’de, P.L32-P.L34 kodlular ise Çizelge 7.18’de belirtilen programa göre, Lectra marka vakumlu diş porseleni pişirim fırınında gerçekleştirilmiştir.

Çizelge 7.17. Opak tabakasının pişirim programı-I

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Ön Kurutma (dk.)	Ön Isıtma (dk.)	Isıtma Hızı (°C/dk.)	Vakum Başlama Sıcaklığı (°C)	Vakum Yüzdesi (%)	Vakum Bitiş Sıcaklığı (°C)	Piştirim Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	İç Soğutma Süresi (dk.)
Opak 1	500	5	5	60	500	90	980	980	1,5	0

Çizelge 7.18. Opak tabakasının pişirim programı-II

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Ön Kurutma (dk.)	Ön Isıtma (dk.)	Isıtma Hızı (°C/dk.)	Vakum Başlama Sıcaklığı (°C)	Vakum Yüzdesi (%)	Vakum Bitiş Sıcaklığı (°C)	Piştirim Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	İç Soğutma Süresi (dk.)
Opak 2	500	5	5	60	500	90	910	910	1	0

Ayrıca, çalışmada üretilen diş porseleni tozlarından elde edilen sonuçların ticari tozlarınkilerle karşılaştırılması için Vita ve Noritake Firmaları'nın zirkonya altyapılar için geliştirdiği VM9 ve Cerabien CZR porselen tozları üretici firmaların direktiflerine uygun olarak pişirilmiştirlerdir (Çizelge 7.19 ve 7.20).

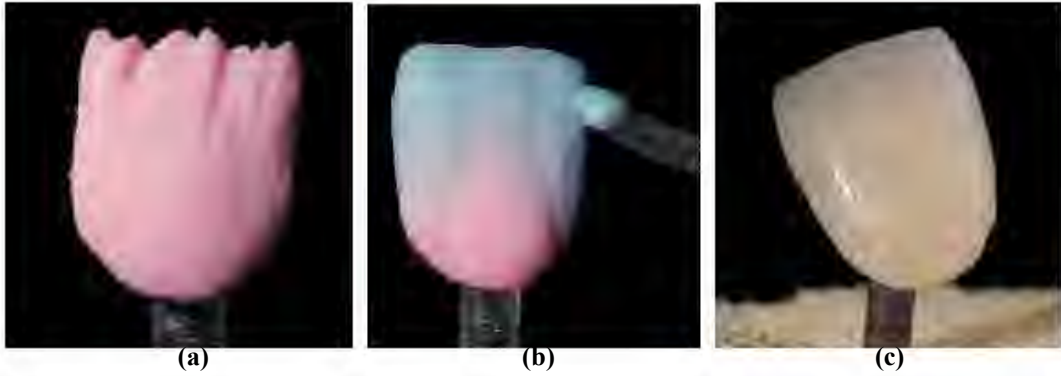
Çizelge 7.19. Vita VM9 opak tabakası pişirim programı

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Ön Kurutma (dk.)	Ön Isıtma (dk.)	Isıtma Hızı (°C/dk.)	Vakum Başlama Sıcaklığı (°C)	Vakum Yüzdesi (%)	Vakum Bitiş Sıcaklığı (°C)	Piştirim Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	İç Soğutma Süresi (dk.)
VM9 Opak	500	6	6	80	500	90	980	980	1	0

Çizelge 7.20. Noritake CZR opak tabakası pişirim programı

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Ön Kurutma (dk.)	Ön Isıtma (dk.)	Isıtma Hızı (°C/dk.)	Vakum Başlama Sıcaklığı (°C)	Vakum Yüzdesi (%)	Vakum Bitiş Sıcaklığı (°C)	Piştirim Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	İç Soğutma Süresi (dk.)
CZR Opak	600	5	5	45	600	96	930	930	1	4

Opak porselen tabakası pişirimini takiben Keram&Keramik Still marka şekillendirme sıvısı (modeling liquid) yardımıyla çamur kıvamına getirilen dentin ve mine tabakaları sırasıyla numune üzerine uygulanmış [Şekil 7.5 (a) ve (b)] ve E1-E8, D1-D8 kodlu numuneler Çizelge 7.21, Z-Enamel, Z-Dentin kodlu ürünler ise Çizelge 7.22’de belirtilen programa göre bir kez daha pişirilmiştir [Şekil 7.5 (c)].



Şekil 7.5. Dentin (a), mine (b) uygulaması ve piştirim sonrası görünüm (c) [214]

Çizelge 7.21. Dentin ve mine tabakalarının pişirim programı

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Ön Kurutma (dk.)	Ön Isıtma (dk.)	Isıtma Hızı (°C/dk.)	Vakum Başlama Sıcaklığı (°C)	Vakum Yüzdesi (%)	Vakum Bitiş Sıcaklığı (°C)	Piştirim Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	İç Soğutma Süresi (dk.)
Dentin 1	500	5	5	60	500	90	860	860	1	0

Çizelge 7.22. Dentin ve mine tabakalarının pişirim programı

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Ön Kurutma (dk.)	Ön Isıtma (dk.)	Isıtma Hızı (°C/dk.)	Vakum Başlama Sıcaklığı (°C)	Vakum Yüzdesi (%)	Vakum Bitiş Sıcaklığı (°C)	Piştirim Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	İç Soğutma Süresi (dk.)
Dentin 2	500	5	5	60	500	90	900	900	1	0

Ayrıca, Vita VM9 ve Noritake CZR dentin ve mine tabakalarının pişirimleri sırasıyla Çizelge 7.23 ve 7.24’de belirtilen programlara göre gerçekleştirilmiştir.

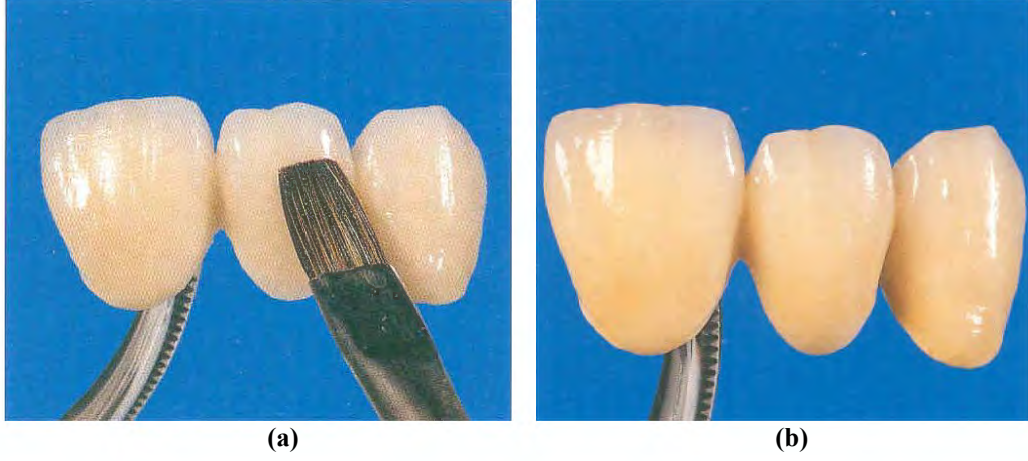
Çizelge 7.23. Vita VM9 dentin ve mine tabakalarının pişirim programı

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Ön Kurutma (dk.)	Ön Isıtma (dk.)	Isıtma Hızı (°C/dk.)	Vakum Başlama Sıcaklığı (°C)	Vakum Yüzdesi (%)	Vakum Bitiş Sıcaklığı (°C)	Piştirim Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	İç Soğutma Süresi (dk.)
VM9 Dentin	500	6	6	55	500	90	910	910	1	0

Çizelge 7.24. Noritake CZR dentin ve mine tabakalarının pişirim programı

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Ön Kurutma (dk.)	Ön Isıtma (dk.)	Isıtma Hızı (°C/dk.)	Vakum Başlama Sıcaklığı (°C)	Vakum Yüzdesi (%)	Vakum Bitiş Sıcaklığı (°C)	Piştirim Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	İç Soğutma Süresi (dk.)
CZR Dentin	600	5	5	45	600	96	930	930	1	4

Son olarak sır tozu, Keram&Keramik sır sıvısı (glaze liquid) ile karıştırılarak fırça ile dentin pişirimi gerçekleştirilen numune üzerine ince bir tabaka şeklinde uygulanmıştır [Şekil 7.6 (a)]. Sır pişirimi Çizelge 7.25’de verilen programa göre yapılmıştır [Şekil 7.6 (b)]. Vita Aksent ve Noritake CZR sırları ise Çizelge 7.26 ve 7.27’e göre pişirilmiştir.



Şekil 7.6. Sır uygulaması (a) ve pişirim sonrası görünüm (b) [42]

Çizelge 7.25. Sır tabakası pişirim programı

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Ön Kurutma (dk.)	Ön Isıtma (dk.)	Isıtma Hızı (°C/dk.)	Vakum Başlama Sıcaklığı (°C)	Vakum Yüzdesi (%)	Vakum Bitiş Sıcaklığı (°C)	Pişirim Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	İç Soğutma Süresi (dk.)
Z Sır	500	5	5	80	-	-	-	890	1	0

Çizelge 7.26. Vita Akzent sırt pişirir programı

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Ön Kurutma (dk.)	Ön Isıtma (dk.)	Isıtma Hızı (°C/dk.)	Vakum Başlama Sıcaklığı (°C)	Vakum Yüzdesi (%)	Vakum Bitiş Sıcaklığı (°C)	Piştirim Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	İç Soğutma Süresi (dk.)
Akzent Sırt	500	4	4	80	-	-	-	900	1	0

Çizelge 7.27. Noritake CZR sırt pişirir programı

Program Adı	Başlama Sıcaklığı (°C)	Ön Kurutma (dk.)	Ön Isıtma (dk.)	Isıtma Hızı (°C/dk.)	Vakum Başlama Sıcaklığı (°C)	Vakum Yüzdesi (%)	Vakum Bitiş Sıcaklığı (°C)	Piştirim Sıcaklığı (°C)	Bekleme Süresi (dk.)	İç Soğutma Süresi (dk.)
CZR Sırt	600	5	5	50	-	-	-	930	0	4

7.3. Uygulanan Testler ve Analizler

7.3.1. Kimyasal Analiz

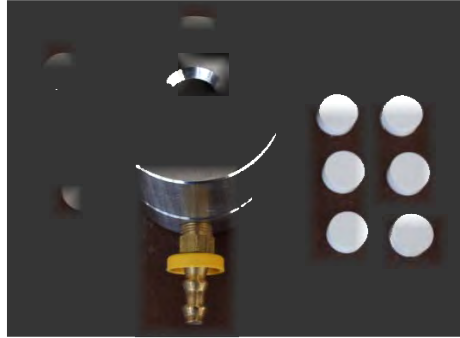
Çalışmada kullanılan hammaddelerin, ticari zirkonya ve diş porseleni tozlarının kimyasal bileşimleri Rigaku marka ZSX Primus model XRF (X-ışını Floresans) cihazıyla tespit edilmiştir.

6 gr lityum tetraborat ile 0,6 gr analizi yapılacak toz tartılarak agat havanda homojen bir şekilde karıştırılmıştır. Karışım otomatik eritiş cihazında platin kroze içerisinde ergitildikten sonra kalıba dökülmüş ve 40x3 mm (çap x kalınlık) ebadında cam tablet elde edilmiştir. Söz konusu tablet XRF cihazına yerleştirilerek ilgili malzemenin kimyasal analizi yapılmıştır.

7.3.2. Faz Analizi

Ticari zirkonya ve diş porselenleri ile çalışmada üretilen numunelerde oluşan kristal fazlar Rigaku marka Rint 2000 serisi $\text{CuK}_{\alpha 1}$ ışımaya sahip ($\lambda=1,54056 \text{ \AA}$) XRD (X-Işını Kırınım) cihazı ile belirlenmiştir.

Diş porseleni ve zirkonya tozlarının analizleri toz formunda ($< 63 \mu\text{m}$) gerçekleştirilirken, pişirilmiş porselen katmanların, ön ve tam sinterlenmiş zirkonyaların analizleri katı formda yapılmıştır. Katı numuneler eşit yüzey alanına ($\sim 1,3 \text{ cm}^2$) ve yüzey düzgünlüğüne sahip olacak şekilde elde edilmiştir. Bu amaçla 13 mm çaplı kalıpta pelet formuna getirilen numuneler (Şekil 7.7) üretim süreçlerine uygun şekilde hazırlanmıştır.



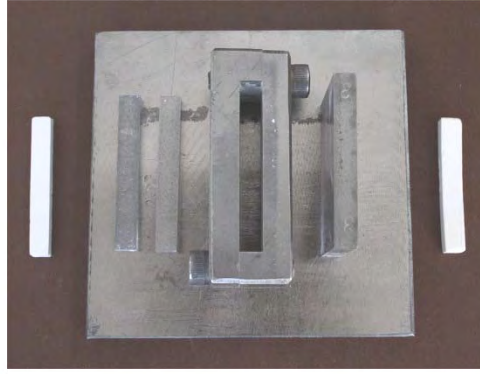
Şekil 7.7. 13 mm çapına sahip el presi kalıbı ve hazırlanan peletler

Ticari zirkonya ürünlere ait numuneler ise zirkonya bloklardan kesilerek analiz için uygun forma getirilmiştir. Tüm numunelerin analizleri $2^\circ/\text{dakika}$ çekim hızıyla yapılmıştır. Elde edilen paternler JCPDS indeksindekilerle karşılaştırılmış ve numunelerin faz analizleri gerçekleştirilmiştir.

7.3.3. Isıl Genleşme Katsayısı Analizi

Tüm numunelerinin ısı genleşme katsayıları NetcsH marka DIL 402 PC model dilatometre cihazıyla tayin edilmiştir.

8x60 mm (genişlik x uzunluk) ebatlarında kalıp (Şekil 7.8) kullanılarak şekillendirilen numunelerin ilgili fırın rejimlerine göre pişirimleri yapılmıştır. Numunelerin boyutları elmas diske sahip kesme cihazında 5x5x50 mm'ye (genişlik x kalınlık x uzunluk) getirilmiş, kenar paralellikleri sağlanmış ve cihaza yerleştirilerek 10 °C/dakika ısıtma hızıyla analizleri gerçekleştirilmiştir.



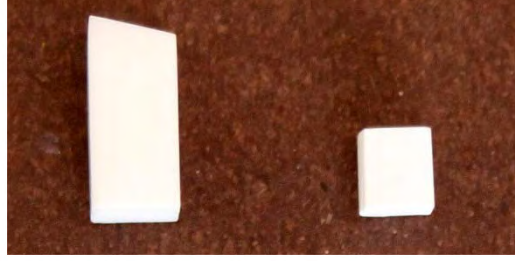
Şekil 7.8. Dilatometre analizinde kullanılan el kalıbı ve preslenen numuneler

7.3.4. Sinterleme Analizi

Ticari ve üretilen zirkonya numunelerin sinterlenme davranışları Misura marka optik dilatometre ve Shimadzu marka 60H model termomekanik analiz (TMA) cihazları ile tespit edilmiştir.

Numunelerin şekillendirilmesinde ısı genleşme katsayısı analizinde kullanılan kalıptan faydalanılmıştır. Preslenen çubuklar bağlayıcı uzaklaştırma ve ön sinterlenme işlemine tabi tutulduktan sonra alt ve üst kenarları birbirine paralel olacak şekilde optik dilatometre için 5x5x15 mm (genişlik x kalınlık x uzunluk), TMA cihazı için 3x3x5 mm ebatlarında hazırlanmıştır. Ticari zirkonya ürünlerde ise blokların istenilen ölçülerde kesilmesi ile numuneler elde edilmiştir. TMA cihazında alt ve üst kenarı paralel numuneler kullanılırken, optik dilatometre analizi için numunelerin üst kısmı yaklaşık 45°'lik açı ile aşındırılmıştır

(Şekil 7.9). Her iki cihazda da sinterlenme rejimlerine uygun olarak numunelerin (12, 15 ve 17 °C/dakika ısıtma hızı) analizleri gerçekleştirilmiştir.

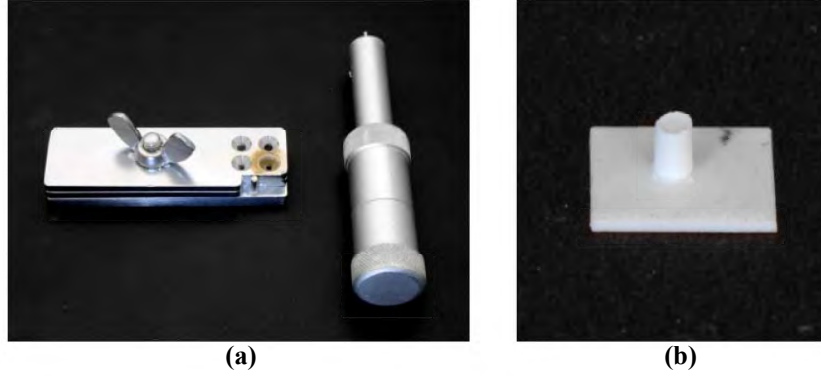


Şekil 7.9. Optik dilatometre cihazı (sol) ve TMA (sağ) için hazırlanan numune görüntüsü

7.3.5. Erime Davranışı Analizi

Ticari ve çalışmada üretilen diş porseleni tozlarının ergime davranışları Misura marka ısı mikroskobuyla belirlenmiştir.

Numune hazırlama aparatıyla [Şekil 7.10 (a)] yaklaşık 2x3 mm (çap x yükseklik) ebatlarında preslenen silindirik numuneler [Şekil 7.10 (b)] alümina altlık üzerinde cihaza yerleştirilmiş ve analizleri yapılmıştır.



Şekil 7.10. Numune hazırlama aparatı (a) ve ısı mikroskobu numunesi (b)

7.3.6. Mikroyapı Analizi ve Elementel Analiz

Kullanılan zirkonya tozların, ticari ve çalışmada üretilen diş porseleni katmanlarının ve zirkonyaların mikroyapı çalışmaları ve elementel analizleri, Oxford Instruments marka INCA Wave model dalga boyu saçınımlı X-Işını

(WDX) ve 7430 model enerji saçınımlı X-Işını (EDX) spektrometreleri ile HKL Technology model elektron geri yansıyan kırınım (EBSD) dedektörüne sahip Zeiss marka Supra 50 VP model alan yayınımlı elektron tabancalı (FEG) taramalı elektron mikroskobunda (SEM) yapılmıştır.

Sinterlenmiş zirkonya numuneler Çizelge 7.28’de belirtilen programa göre Struers marka TegraPol-25 model otomatik numune parlatma cihazında parlatılmış ve sinterleme sıcaklıklarının 50 °C altında ısıtılmasına tabi tutulmuştur. Ön sinterlenmiş zirkonya numunelerin ise herhangi bir parlatma işlemine tabi tutulmadan kırık yüzey incelemeleri yapılmıştır. Mikroyapı çalışmalarında ikincil elektronlardan (SE) faydalanılmıştır.

Ayrıca, karbon bant üzerine yapıştırılan diş porseleni tozlarının ve pelet formuna getirilerek pişirilen diş porselenlerinin mikro yapı incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmalarda ikincil elektronlarla (SEI) ve atom ağırlığına bağlı olarak faz ayrımını sağlayan geri yansıyan elektronlarla (BEI) görüntü alınmıştır.

Çizelge 7.28. Sinterlenmiş zirkonya numunelerin parlatılmasında kullanılan program

Disk	Sıvı	Süre (dk.)	Kuvvet/Devir (N/Rpm)
MD-Piano 120	Su	1,5	180/300
MD-Largo (9 µm)	Allegro Largo	5	180/150
MD-Dac (3 µm)	Dac	5	180/150
MD-Nap (1 µm)	Nap	3,5	180/150
MD-Chem	Kolloidal Silika	1,5	120/150

İletken olmayan seramik malzemenin yüzey iletkenliğini sağlamak ve böylece elektronların yüzeye şarjını engellemek amacıyla tüm numuneler altın-paladyum karışımı ince bir film ile kaplanmıştır.

7.3.7. TEM (Geçirimli Elektron Mikroskobu) Analizi

Zirkonya blok üretiminde kullanılan granülleri oluşturan birincil tanelerin boyutları GATAN marka GIF TRIDIEM model enerji filtresi, paralel elektron enerji kaybı spektrometresi (PEELS), yüksek açılı halkasal karanlık alan taramalı geçirimli elektron mikroskobu (STEM-HAADF) dedektörü ve JEOL marka JED-2300T model enerji saçınımlı X-Işını (EDX) spektrometresine sahip 200 kV'lık JEOL marka 2100F model geçirimli elektron mikroskobu ile tespit edilmiştir.

7.3.8. Tane Boyut Dağılımı Analizi

Ticari ve bu çalışmada üretilen dış porseleni tozları ile kullanılan zirkonya granüllerinin tane boyut dağılımları lazer kırınımı prensibine göre çalışan, 20 nm - 2000 µm arasında ölçüm aralığına sahip Malvern marka Mastersizer 2000 model tane boyut dağılımı analiz cihazı ile belirlenmiştir.

7.3.9. Yoğunluk Testi

Ön pişirimi yapılmış ve sinterlenmiş zirkonya örneklerin yoğunlukları Arşimet Prensibi ile ölçülmüştür. Şekil 7.7'de belirtilen kalıpta pelet formuna getirilen numuneler “7.1. Zirkonya Desteklerin Hazırlanması” bölümünde detayları verilen zirkonya blok üretim sürecine uygun şekilde hazırlanmıştır.

Numuneler saf su içerisinde 4 saat kaynatıldıktan sonra, oda sıcaklığına soğutulmuş ve 1 gün bekletilmiştir. Yoğunluk ölçüm kiti kullanılarak ilk önce numunelerin su içindeki asılı ağırlıkları ölçülmüş, sonrasında nemli bir bez ile silinen numunelerin yaş ağırlıkları belirlenmiştir.

105 °C'lık etüvde bir gün süreyle kurutulan numuneler silika jel içeren desikatöre alınmış ve soğutulmuştur. Kuru ağırlıkları ölçülen numunelerin yığınsal yoğunluk değerleri Eşitlik 7.1'de belirtilen formüle göre hesaplanmıştır.

$$\text{Yığımsal Yoğunluk} = \frac{W1}{(W3-W2)} \times \rho_{su} \quad (7.1)$$

W1= Numunenin kuru ağırlığı

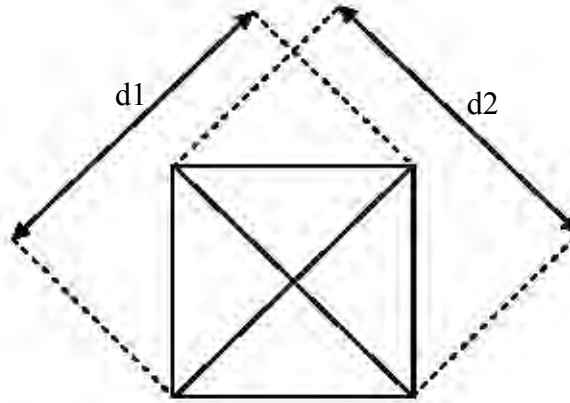
W2= Numunenin su içindeki asılı ağırlığı

W3= Numunenin yaş ağırlığı

ρ_{su} = Suyun özgül ağırlığı

7.3.10. Mikro Sertlik Testi

Numunelerin Vickers mikro sertlik değerleri Emcotest marka M1C 010 model mikro sertlik cihazında belirlenmiştir. Piramit şeklindeki elmas ucun porselen tabakalar ve ön sinterlenmiş zirkonyalar için 0,5-1 kg, sinterlenmiş zirkonyalar için ise 10 kg yük uygulanarak numuneye batırılması ve 15 sn. beklenmesi sonucu oluşan izin ortalama köşegen uzunlukları ölçülmüştür (Şekil 7.11). İlgili değerler Eşitlik 7.2 ve 7.3’de verilen formülde kullanılarak Vickers mikro sertlik değerleri hesaplanmıştır [215-216].



Şekil 7.11. Vickers sertlik testinde oluşan sembolize iz ve köşegen uzunlukları

$$d = \frac{d1 + d2}{2} \quad (7.2)$$

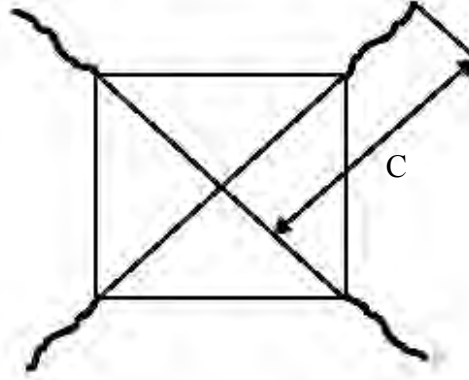
$$H_v = \frac{1.854 \times P}{d^2} \quad (7.3)$$

Hv: Vickers sertlik değeri (MPa)

P: Uygulanan yük (kg)

d: Ortalama köşegen uzunluğu (mm)

Kırılma tokluğunda ise Vickers sertlik testi sonucunda elde edilen izin köşelerinde meydana gelen çatlağın boyu (Şekil 7.12) taramalı elektron mikroskopunda ölçülmüş ve Eşitlik 7.4'deki formülden tokluk değeri (K_{IC}) hesaplanmıştır [58, 215, 217, 218].



Şekil 7.12. Mikro sertlik testi sonucu oluşan izin köşelerinde çatlak oluşumu

$$K_{IC} = 0.0016 \left(\frac{E}{Hv} \right)^{1/4} \left(\frac{P}{C^3/2} \right) \quad (7.4)$$

K_{IC} : Kırılma tokluğu ($MPa \cdot m^{1/2}$)

Hv: Vickers sertlik değeri (GPa)

E: Elastik modülü (GPa)

P: Uygulanan yük (N)

C: Çatlak uzunluğu (m)

7.3.11. Üç Nokta Eğme Testi

Sinterlenen zirkonya desteklerin ve pişirilen diş porselenlerinin üç nokta eğme sonuçları Instron marka 5581 model mekanik test cihazı ile tespit edilmiştir. Söz konusu test ISO 6872 “Dental Ceramic” ve TS EN ISO 6872 “Diş Seramiği” standartlarına uygun olarak gerçekleştirilmiştir.

Diş porseleni numuneleri için Şekil 7.13’de görülen kalıpta 5x2x25 mm (genişlik x kalınlık x uzunluk) ebatlarında preslenen 10’ar adet numune ilgili programda pişirilmiştir. Zirkonya çalışmalarında ise makinede işlenmek üzere hazır hale getirilen bloklardan çubuk şeklinde 10’ar adet numune kesilmiştir. Sonrasında hem zirkonya hem de diş porseleni numuneleri $4\pm0,25$ mm genişlik, $1,2\pm0,2$ mm kalınlık ve en az 20 mm uzunluğa sahip ve tüm yüzeyleri birbirine paralel olacak şekilde parlatılmıştır.



Şekil 7.13. Üç nokta eğme test numunelerinin hazırlanmasında kullanılan kalıp ve elde edilen numuneler

Yüzeyleri temizlenen numuneler 4 mm olan geniş yüzeyi yukarı bakacak şekilde 15 mm aralığa sahip mesnetler üzerine yerleştirilmiş ve $1\pm0,5$ mm/dakika hareket hızı ile yük uygulanmıştır. Numunenin kırıldığı yük $\pm0,1$ N hassasiyet ile kaydedilmiş ve kırılma dayanımları Eşitlik 7.5’de belirtilen formülden hesaplanmıştır [199, 218].

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bd^2} \quad (7.5)$$

σ_f : Üç nokta eğme dayanımı (MPa)

P: Numunenin kırıldığı yük değeri (Newton)

L: Mesnetler arası genişlik (mm)

b: Numunenin genişliği (mm)

d: Numunenin kalınlığı (mm)

7.3.12. Kimyasal Dayanım Testi

Numunelere uygulanan kimyasal dayanım testinde diř porselenleri iin $16\pm0,2$ mm ap ve $1,6\pm0,1$ mm derinlięe sahip kalıpta řekillendirilen 10'ar adet numune uygun programda piřirilmiřtir. Zirkonya iin ise hazırlanan bloklardan $12\pm0,2$ mm uzunluęunda, $6\pm0,2$ mm geniřlięinde ve $4\pm0,1$ mm kalınlıęında 10'ar adet numune kesilmiř, sinterlenmiř ve parlatılmıřtır. Hazırlanan numuneler ilk olarak saf su ile yıkanmıř ve 150 ± 5 °C'de 4 saat kurutulmuřtur. Daha sonra numuneler 0,1 mg hassasiyette tartılmıř ve yzey alanları $0,5\text{ cm}^2$ hassasiyette llmřtir. Hacimce % 4 asetik asit ierisine yerleřtirilen numuneler 16 saat kimyasal dayanım testine tabi tutulmuřtur. Test sonunda saf su ile yıkanan ve kurutulan numuneler yeniden tartılmıřtır. Numunelerde meydana gelen aęırlık kaybı $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ olarak tespit edilmiřtir.

8. ZİRKONYA İLE İLGİLİ SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR

Yapılan çalışmada, kullanılan zirkonya tozları, işlenmek üzere hazır hale getirilen ön sinterlenmiş zirkonya bloklar ve sinterlenmiş zirkonya destek malzemeleri, Almanya’da üretilen ve Cad/Cam sisteminde işlenen Vita Firması’nın “YZ 2000”, DeguDent Firması’nın “Cercon” ve İtalya’da yapılan Zirkonzahn Firması’nın manüel olarak işlenen zirkonya blokları ve bunlar kullanılarak üretilen destekler incelenmiştir. Kullanılan zirkonya tozlarından (TZP-1 ve TZP-2) hareketle hazırlanan zirkonya bloklar sırasıyla “TZ-B1” ve “TZ-B2” şeklinde kodlanmıştır. Ayrıca, ticari zirkonya bloklardan “Cercon”, “YZ-2000” ve “Zirkonzahn” olarak bahsedilecektir. Söz konusu blokların işlenmesi ile elde edilen destekler ise “Cercon desteği”, “Zirkonzahn desteği” vb. biçiminde adlandırılmıştır. TZ-B1 ve TZ-B2’nin ham yoğunluklarının ticari bloklar ile aynı değere getirilmesi durumunda numuneler TZ-B1_Cercon, TZ-B2_YZ-2000 v.b. olarak kodlanmıştır.

8.1. Kullanılan Zirkonya Tozlara Ait Sonuçlar ve Tartışmalar

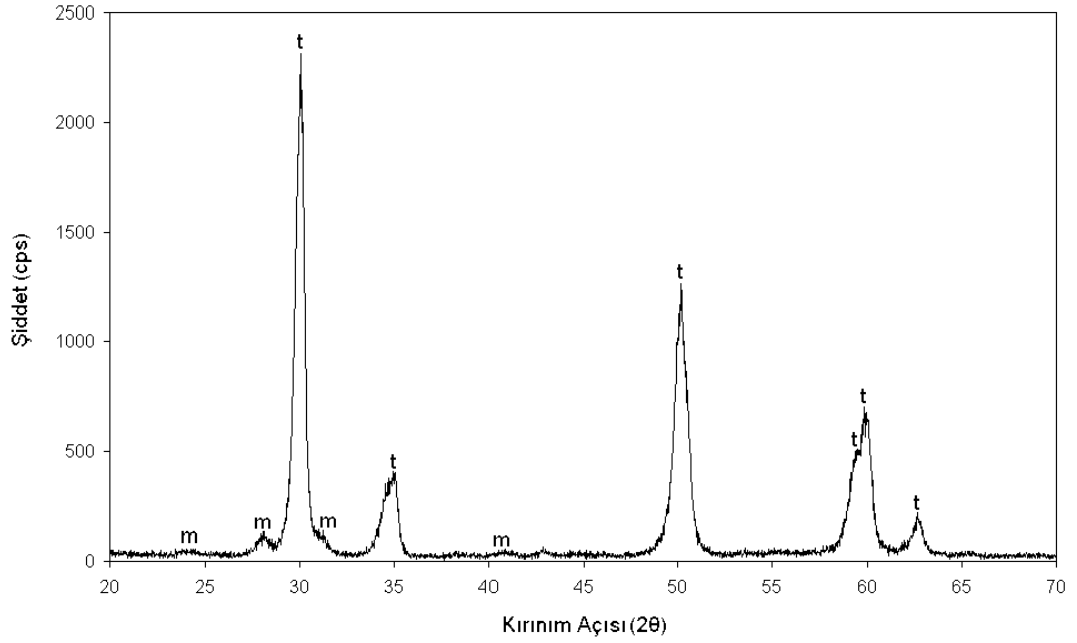
8.1.1. Kimyasal analiz sonuçları

TZP-1 ve 2’nin kimyasal analizleri (Çizelge 7.1) ağırlıkça ~ % 5,5 (molce ~ % 3) Y_2O_3 içerdiklerini göstermiştir. İçerdikleri Fe_2O_3 miktarının çok düşük olması (% 0,05) diş uygulamalarında kullanılacak zirkonyanın beyazlığı açısından çok önemlidir. İlave olarak, sistemdeki Al_2O_3 , üründe meydana gelebilecek olası t-m (tetragonal-monoklinik) faz dönüşümünü bastırmak için kullanılmıştır [209, 210]. Tozlarda gözlenen ~ % 3,5’lik ateş kaybı preslenme özelliğinin iyileştirilmesi amacıyla kullanılan bağlayıcıdan kaynaklanmaktadır.

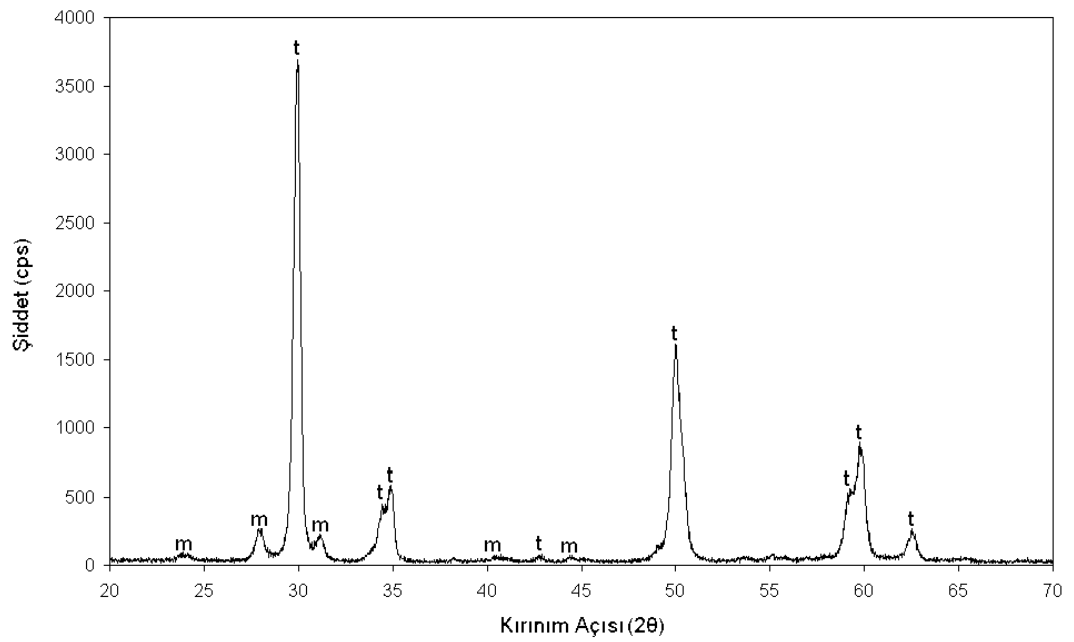
8.1.2. XRD analizi sonuçları

TZP-1 ve 2’ye ait XRD desenleri Şekil 8.1 ve 8.2’de sunulmuştur. Her iki tozda da ana kristal faz tetragonal zirkonya iken düşük oranda monoklinik

zirkonya pikleri de tespit edilmiştir. Kimyasal analiz sonuçlarıyla birlikte değerlendirildiğinde tozların, molce $\sim 3\%$ Y_2O_3 ile yarı kararlı hale getirilmiş zirkonya (YPSZ; Y_2O_3 Partially Stabilized Zirkonya) oldukları anlaşılmaktadır.



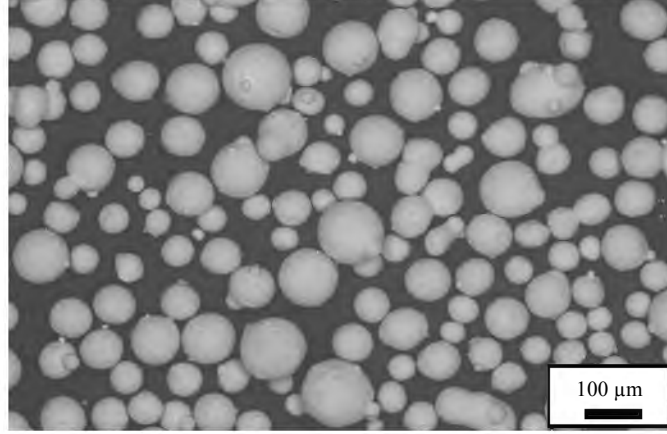
Şekil 8.1. TZP-1'in XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2)



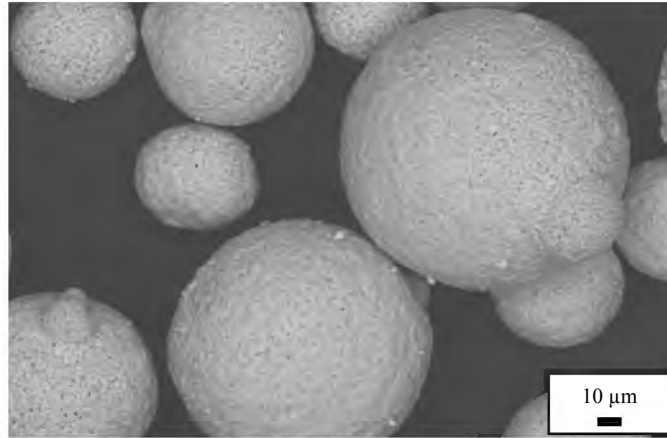
Şekil 8.2. TZP-2'in XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2)

8.1.3. SEM analizi sonuçları

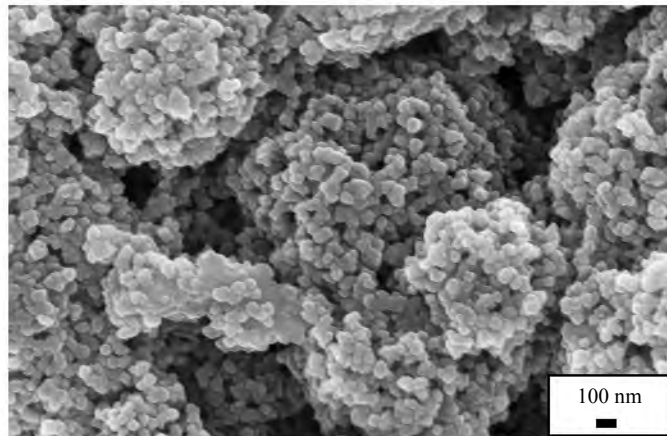
Zirkonya tozlarının SEM fotoğrafları Şekil 8.3-8.4’de verilmiştir.



(a)

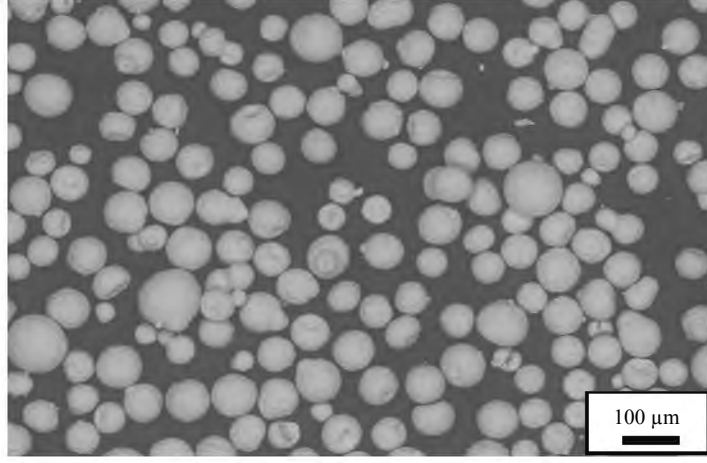


(b)

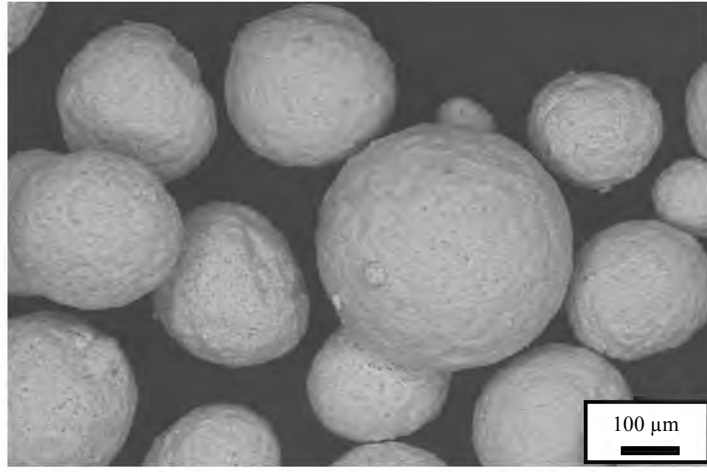


(c)

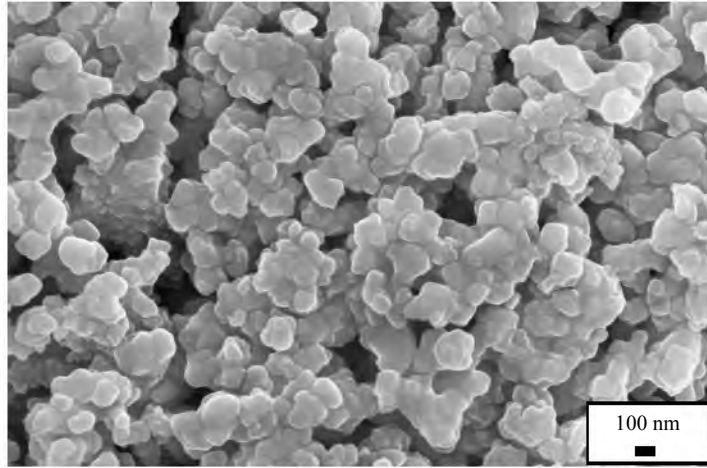
Şekil 8.3. TZP-1’in farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri



(a)



(b)



(c)

Şekil 8.4. TZP-2'nin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri

SEM görüntülerine bakıldığında her iki tozun da çok homojen granüllerden oluştuğu ve istenmeyen donat formunda granüller içermedikleri

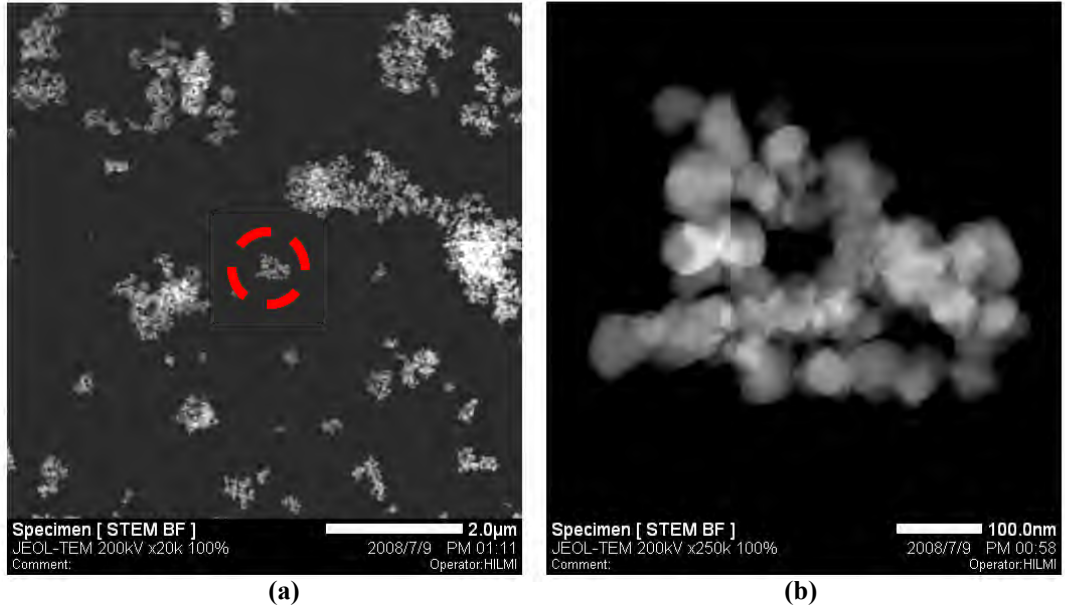
görülmektedir. Ayrıca, hemen hemen tam küre formunda olmaları presleme sırasında toz akışı ve kalıbın dolgu yoğunluğunun homojenliği açısından çok önemlidir. Her iki tozun yüksek çözünürlükte çekilmiş mikro yapı fotoğrafları karşılaştırıldığında [Şekil 8.3 (c) ve 8.4 (c)], TZP-1 granülünü oluşturan birincil zirkonya taneleri 100 nm'nin altında iken, TZP-2'yi oluşturan tanelerin 100-200 nm oldukları görülmektedir. Bu sonuç tozların yüzey alanlarındaki farklılığı da teyit etmektedir (Çizelge 7.1).

8.1.4. TEM analizi sonuçları

Çalışmada kullanılan iki farklı ZrO_2 tozunun tane boyutu ve dağılımını belirlemek amacıyla geçirimli elektron mikroskobu aydınlık alan (TEM-BF) tekniği ve taramalı geçirimli elektron mikroskobu yüksek açılı halkasal karanlık alan dedektörü (STEM-HAADF) ile tozlar incelenmiştir. TEM-BF tekniğinin yanı sıra STEM-HAADF görüntüsü tozların bünyesinde safsızlık olup olmadığını kontrol etmek ve tanelerin yüzey özellikleri hakkında da bilgi edinmek için alınmıştır.

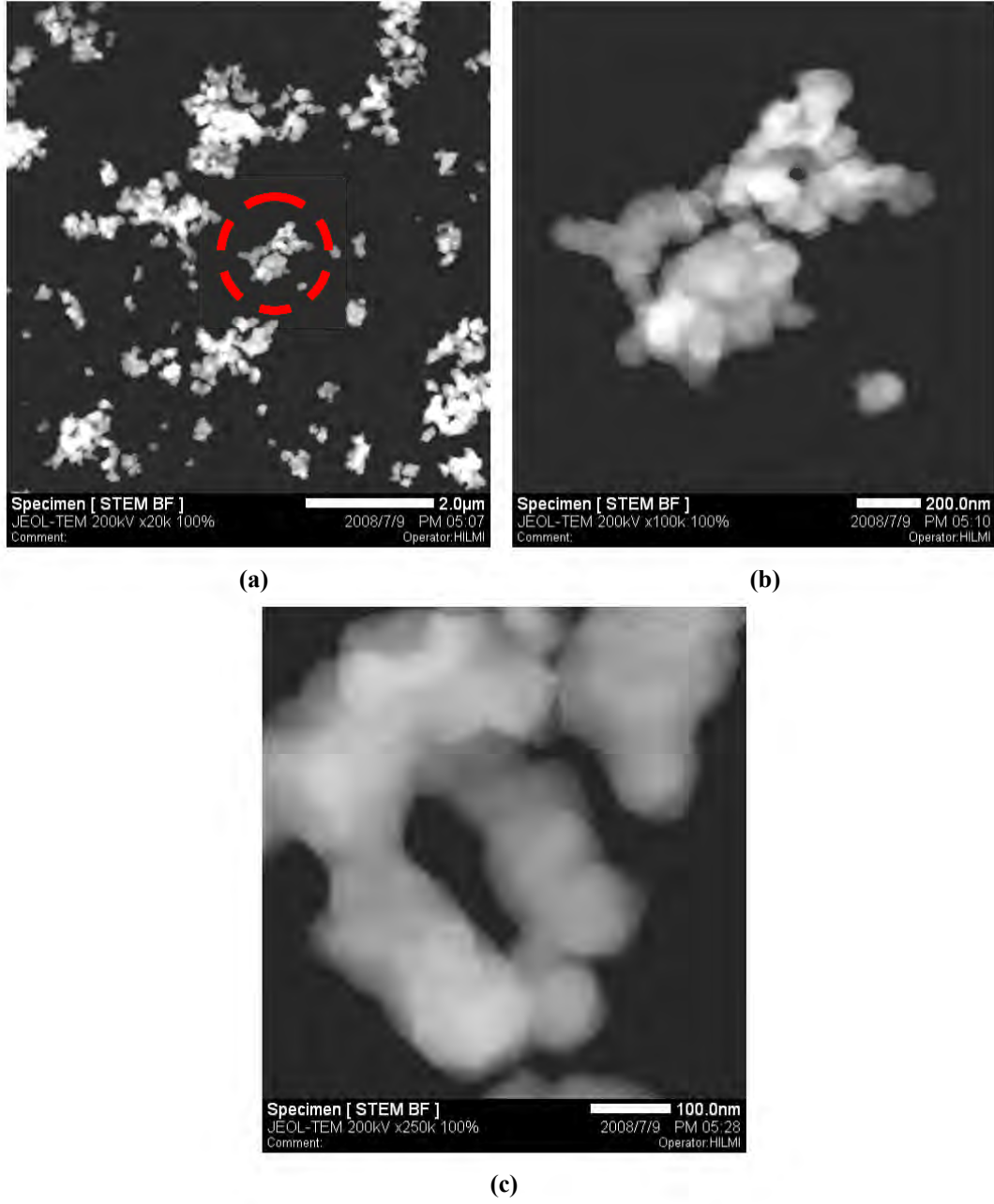
HAADF (yüksek açılı halkasal karanlık alan)-STEM dedektörüne sahip bir TEM'de görüntüler, yüksek açı (birkaç derece veya daha fazla) ile ileri doğru saçılan elektronların toplanması yoluyla elde edilmektedir. Elektronların çok daha küçük açıda elastik (Bragg) saçılması sonucu ortaya çıkan sinyalden sağlanan normal karanlık alan (DF) görüntülemenin tersine, HAADF STEM sinyali daha yüksek açılarda elektronların elastik olmayan saçılımının bir sonucu olarak meydana gelmektedir. Yüksek açılar için numune içerisindeki atomlar ve gelen elektronlar arasındaki elastik olan ve olmayan etkileşimler görüntü zıtlığı oluşturmaktadır. Elastik olmayan saçılım bir atomdaki elektronların sayısına bağlıdır, dolayısıyla, saçılımın şiddeti atom numarası ile değişmektedir. Bu nedenle elektron geçişinin olduğu bölgeler diğerlerine göre daha parlak görünmektedir. Sonuçta, farklı kimyasal bileşimlere sahip bölgeleri diğerlerinden ayırmak mümkündür. Buna göre bir HAADF-STEM görüntüsünde, daha parlak görülen bölgeler (beyaz) yüksek atom numarasına, daha koyu olarak görülenler (siyah) ise düşük atom numarasına sahip bölgeleri göstermektedir.

Şekil 8.5’de TZP-1’e ait taramalı geçirimli elektron mikroskobu yüksek açılı halkasal karanlık alan dedektörü (STEM-HAADF) yardımı ile alınan atomik (Z) kontrast görüntüsü gösterilmektedir.



Şekil 8.5. TZP-1’in farklı büyütmelerdeki STEM-HAADF görüntüleri

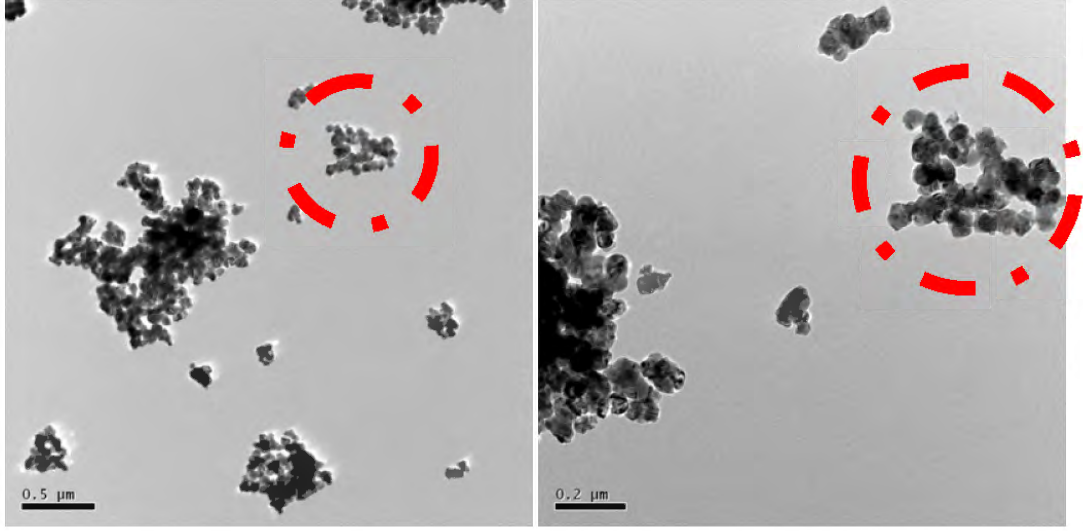
Şekil 8.5 (a)’da halka içindeki bölgenin 250.000 kat büyütülmüş görüntüsü Şekil 8.5 (b)’de verilmiştir. Görüldüğü üzere, TZP-1’in yapısında ekstra bir faz kontrast farkı yaratacak safsızlık bulunmamaktadır. Ayrıca, 100 nm’lik mikron barı dikkate alındığında tanelerin çok küçük olduğu anlaşılmaktadır. Şekil 8.6’da ise TZP-2’den elde edilen farklı büyütmelerdeki STEM-HAADF resimleri verilmiştir.



Şekil 8.6. TZP-2'nin farklı büyütmelerdeki STEM-HAADF görüntüleri

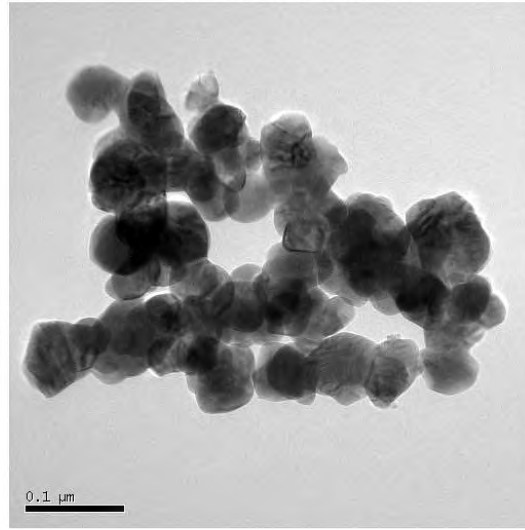
Şekil 8.6 (a)'daki kırmızı kesik çizgili dairesel bölgenin 100.000 büyütmedeki görüntüsü Şekil 8.6 (b)'de sunulmuştur. Şekil 8.6 (c)'de ise TZP-2'nin tane boyutunun TZP-1 ile karşılaştırılabilmesi için benzer büyütme değerinde (250.000) elde edilmiş görüntüsü alınmıştır. Şekil 8.5 (a) ve 8.6 (a)'daki benzer bölgelerin aynı büyütmedeki resimlerine bakıldığında her iki toz arasındaki tane boyut farkı açık bir şekilde görülmektedir.

STEM-HAADF incelemeleri ile tane boyutu hakkında elde edilen verileri doğrulayabilmek için geleneksel TEM görüntüleme tekniklerinden aydınlık alan (BF) tekniği kullanılarak her iki toz içinde aynı büyütme değerlerinde görüntüler alınmıştır. Şekil 8.7 TZP-1, Şekil 8.8 ise TZP-2'nin TEM-BF görüntülerine aittir.



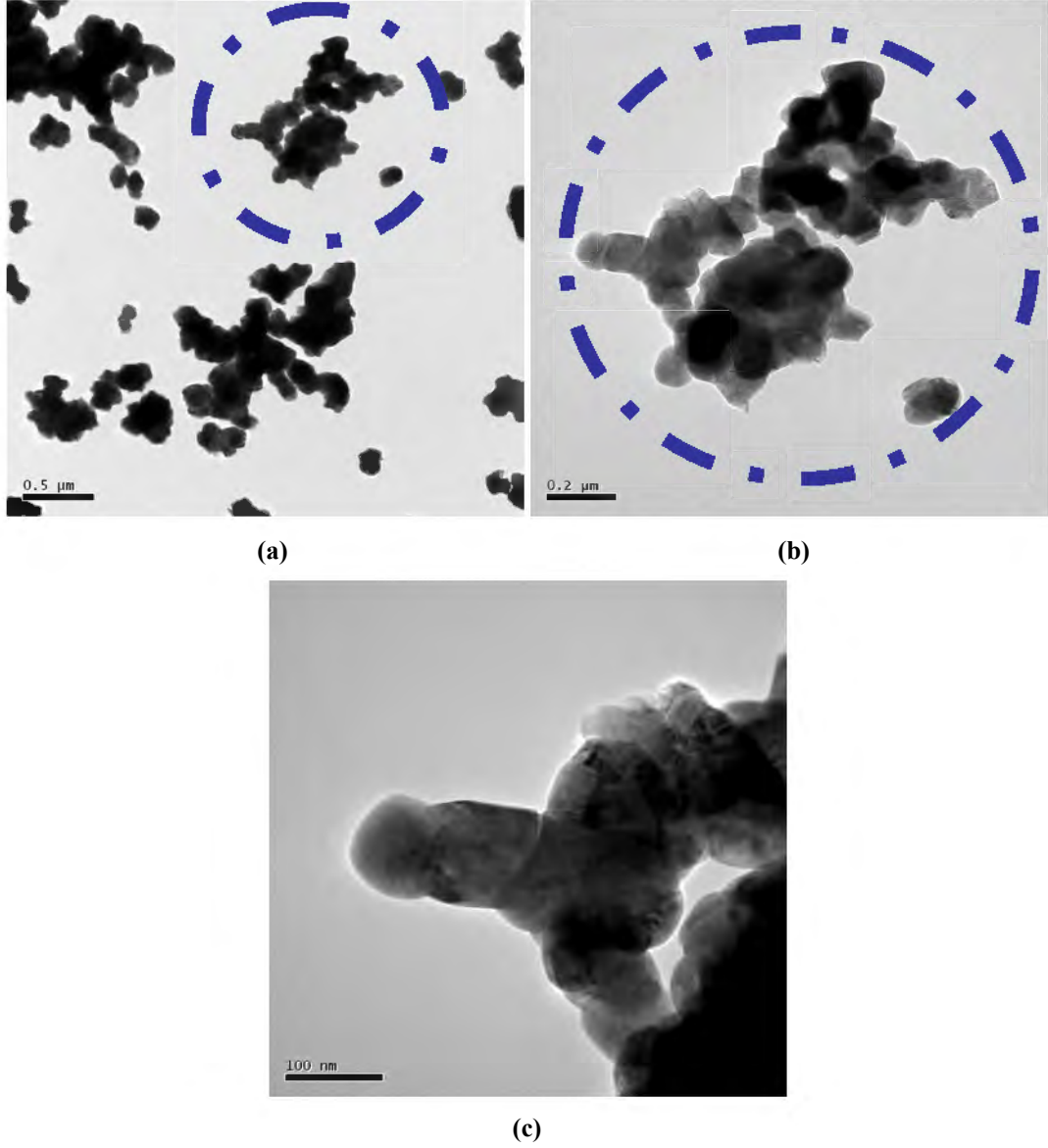
(a)

(b)



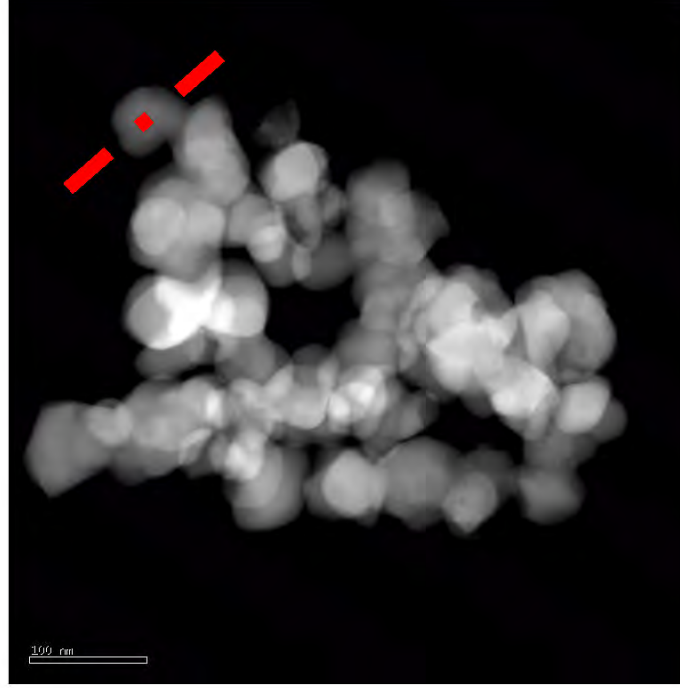
(c)

Şekil 8.7. TZP-1'in TEM-BF görüntüleri

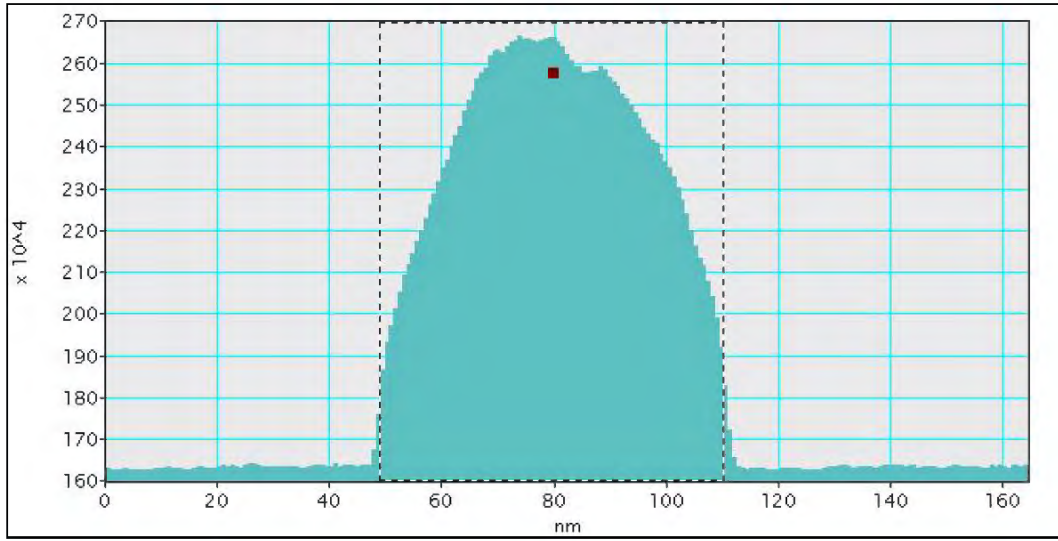


Şekil 8.8. TZP-2'nin TEM-BF görüntüleri

Şekil 8.7 ve 8.8'den; TZP-1'in tane boyutunun TZP-2'ye göre daha küçük olduğu saptanmıştır. Elde edilen bu sonuç Şekil 8.5 ve 8.6'daki STEM-HAADF görüntülerini doğrular niteliktedir. Ayrıca, her iki toz için de bireysel tane boyutu farklılığını ortaya daha net bir şekilde koyabilmek için TZP-1 ve 2 tanelerinden elde edilen şiddet profilleri sırasıyla Şekil 8.9 ve 8.10'da gösterilmiştir.

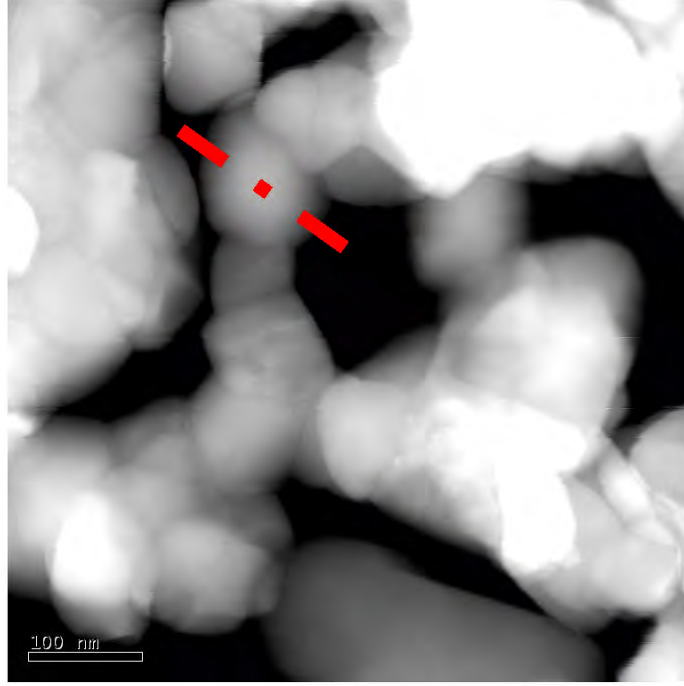


(a)

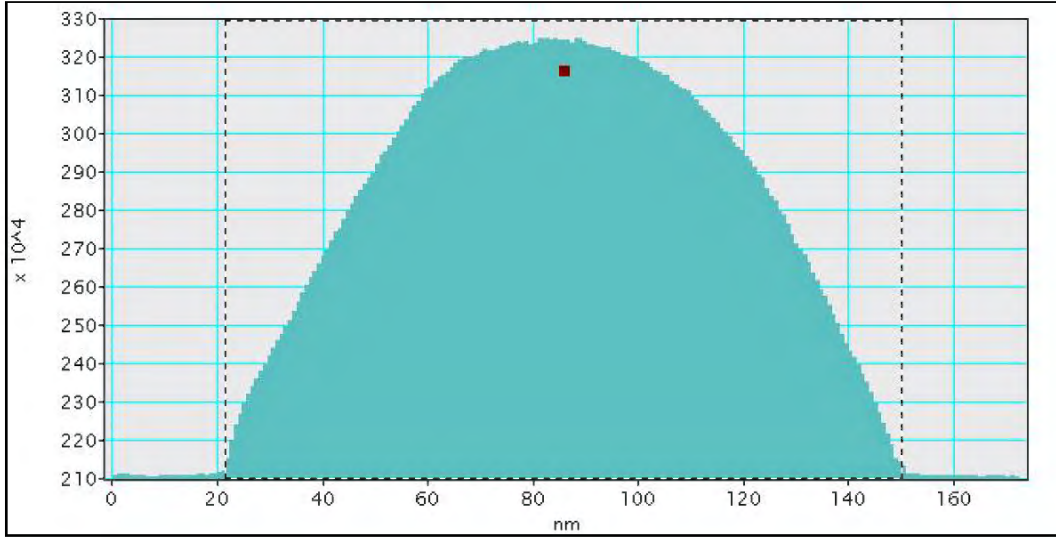


(b)

Şekil 8.9. STEM HAADF görüntüleri üzerinden elde edilen TZP-1'e ait şiddet profili



(a)



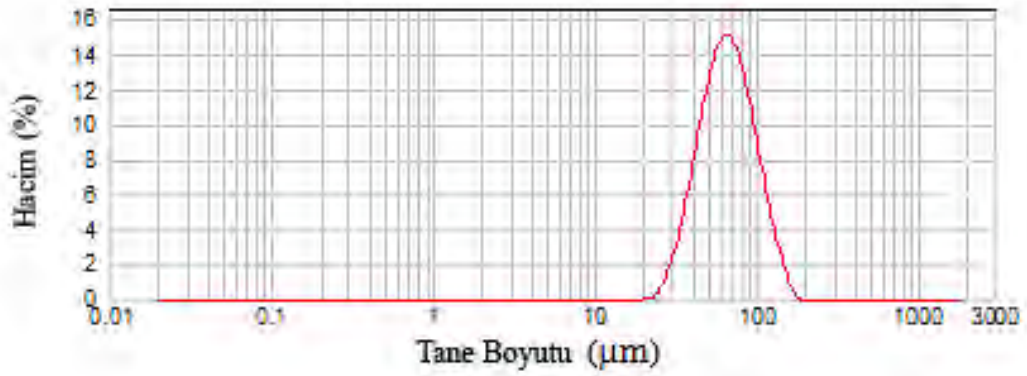
(b)

Şekil 8.10. STEM HAADF görüntüleri üzerinden elde edilen TZP-2'ye ait şiddet profili

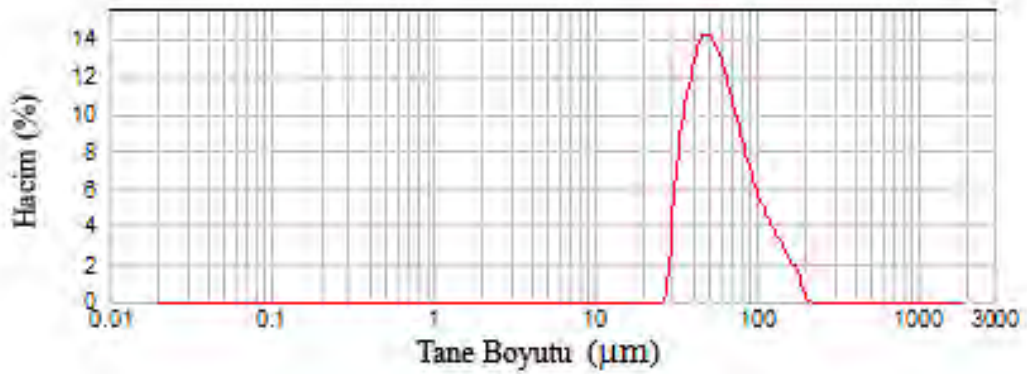
Aynı büyütmadaki STEM-HAADF resimlerindeki tanelerden elde edilen şiddet profilleri değerlendirildiğinde, TZP-2'nin tane boyutunun (120 nm) TZP-1'in (60 nm) yaklaşık 2 katı olduğu saptanmıştır.

8.1.5. Tane boyut analizi sonuçları

TZP-1 ve TZP-2'ye ait tane boyut analizi grafikleri Şekil 8.11 ve 8.12'de verilmiştir. Tozları oluşturan granüllerin tek tane boyut dağılımı sergiledikleri eğrilerden anlaşılmaktadır. Tane boyutuna bakıldığında (Çizelge 8.1) TZP-1 ve TZP-2'nin d50 değerlerinin sırasıyla ~ 57 ve 65 μm oldukları görülmektedir. d10 ve d90 değerleri incelendiğinde ~ 35 ile 115 μm arasında bir dağılım söz konusudur. Geniş dağılım, şekillendirme sırasında kalıbın dolgu yoğunluğunun yüksek olması bakımından istenen bir durumdur. Ayrıca granüllerin d10 değerinin çok düşük olmaması ürünün iyi bir şekilde preslenmesi açısından önemlidir. Aksi takdirde, presleme sırasında ince granüller kalıp duvar boşluklarına sıkışarak hatalara yol açabilirler [219, 220].



Şekil 8.11. TZP-1'e ait tane boyut dağılımı eğrisi



Şekil 8.12. TZP-2'ye ait tane boyut dağılımı eğrisi

Çizelge 8.1. Zirkonya tozlarının tane boyut dağılımı çizelgesi

Numune Adı	d10 (μm)	d50 (μm)	d90 (μm)
TZP-1	35,93	56,97	107,56
TZP-2	39,68	65,31	113,94

8.2. Zirkonya Bloklara Ait Sonuçlar ve Tartışmalar

8.2.1. Kimyasal analiz sonuçları

Cercon, YZ-2000, Zirkonzahn, TZ-B1 ve TZ-B2'nin oksit bileşimleri Çizelge 8.2'de listelenmiştir. Tüm blokların molce $\sim 3\%$ Y_2O_3 ile yarı kararlı hale getirilmiş yüksek saflıkta ZrO_2 tozundan üretildiği görülmektedir.

Çizelge 8.2. Ticari ve üretilen zirkonya blokların oksit bileşimleri

Oksitler	TZ-B1	TZ-B2	Cercon	YZ 2000	Zirkonzahn
Al_2O_3	0,33	0,37	0,29	0,45	0,38
ZrO_2	91,86	91,56	92,35	91,61	91,93
Y_2O_3	5,75	5,98	5,55	5,76	5,54
HfO_2	1,97	1,99	1,70	2,03	1,97
SiO_2	0,04	0,05	0,05	0,08	0,10
Fe_2O_3	0,05	0,05	0,06	0,07	0,08

Blokların hepsi sinterlenme sıcaklığını düşürücü Al_2O_3 katkısına sahiptir. İçerdikleri Fe_2O_3 miktarının azlığı üretilen zirkonya desteğin rengi açısından önemlidir. Mümkün olduğunca düşük olması arzu edilir.

8.2.2. Ham yoğunluk sonuçları

Ticari zirkonya blokların ham yoğunluk sonuçları Çizelge 8.3’de sunulmuştur. YZ 2000 ve Zirkonzahn’ın yoğunlukları birbirlerine yakın iken Cercon’un ki daha düşüktür.

Çizelge 8.3. Ticari zirkonya bloklarının ham yoğunluk değerleri

Ürün Adı	Cercon	YZ 2000	Zirkonzahn
Yoğunluk (g/cm ³)	2,90	3,06	3,13

Üretilcek bloklar hangi ticari firmaya ait makinede işlenecekse söz konusu şirketinkiler ile eşit başlangıç yoğunluğunda olması çok önemlidir. Çünkü Cad/Cam sistemiyle veya manüel olarak kullanılan cihazlar, sinterlendikten sonraki küçülme paylarını (% 19-25) dikkate alarak blokları işlemektedir. Sonuçta, elde edilen ham destek istenen değerden ilgili oran kadar daha büyük olacak ve sinterlenme işlemi gerçekleştikten sonra rahat bir şekilde model üzerine oturacaktır. % 100 teorik yoğunluğa ulaştığı düşünülen bir malzemenin % pışme küçülmesi hesabı Eşitlik 8.1’de verilmiştir.

$$\rho_{\text{sint}} = \rho_{\text{ham}} / (1 - \epsilon)^3 \quad (8.1)$$

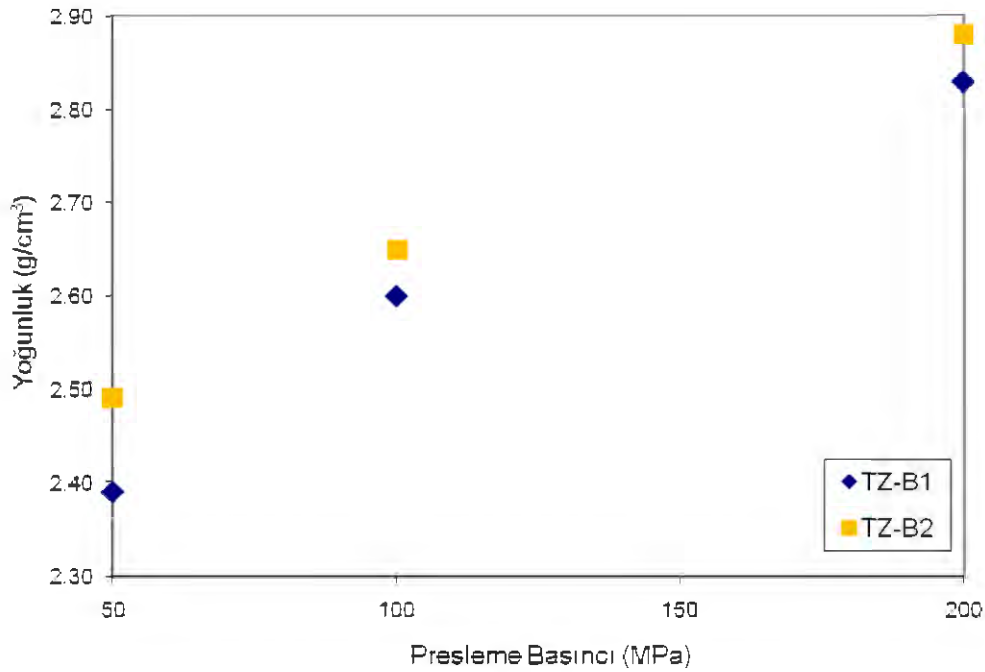
ρ_{sint} : Sinterlenmiş yoğunluk

ρ_{ham} : Ham yoğunluk

ϵ : Lineer Küçülme

Buna göre, kullanılan toza bağlı olarak hazırlanan ürün firma pışirim koşullarında % 100 yoğunluğa ulaşıyor ise pışme küçülmesi değerinin ticari ürün ile aynı olması için, başlangıç yoğunluklarının eşit olması gerekir.

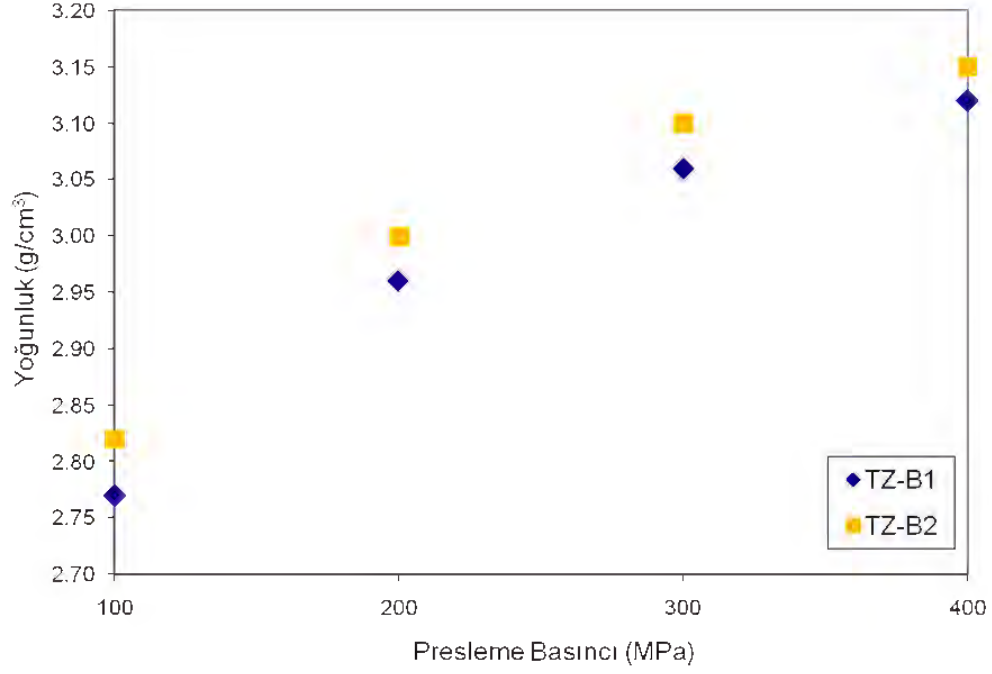
Şekil 8.13 ve 8.14’de üretilen blokların şekillendirme basıncı ve ulaşılan yoğunluk arasındaki ilişki, kullanılan pres tipine bağlı olarak gösterilmiştir. Tek yönlü hidrolik pres ve soğuk izostatik pres (CIP) kullanılarak şekillendirilen ve 700 °C’de bağlayıcı uzaklaştırma pişirime tabi tutulan ürünlerin ham yoğunluk değerleri beklenildiği gibi artan presleme basıncı ile yükselmektedir. TZP-2 tozu ile üretilen blokların ham yoğunlukları nispeten daha yüksektir. Bu durum tozlarda bulunan bağlayıcının özelliğiyle ilgili olabilir. Presleme tipinin yoğunluk üzerindeki etkisine bakıldığında (Şekil 8.13 ve 8.14), CIP ile şekillendirilen numuneler her yönden eşit basınç ile sıkıştırıldığından daha yüksek yoğunluk değerlerine sahiptir. Grafiklerden elde edilen verilere göre blokların yoğunlukları şekillendirme basıncı değiştirilerek ticari bloklar ile benzer değerlere ayarlanabilir.



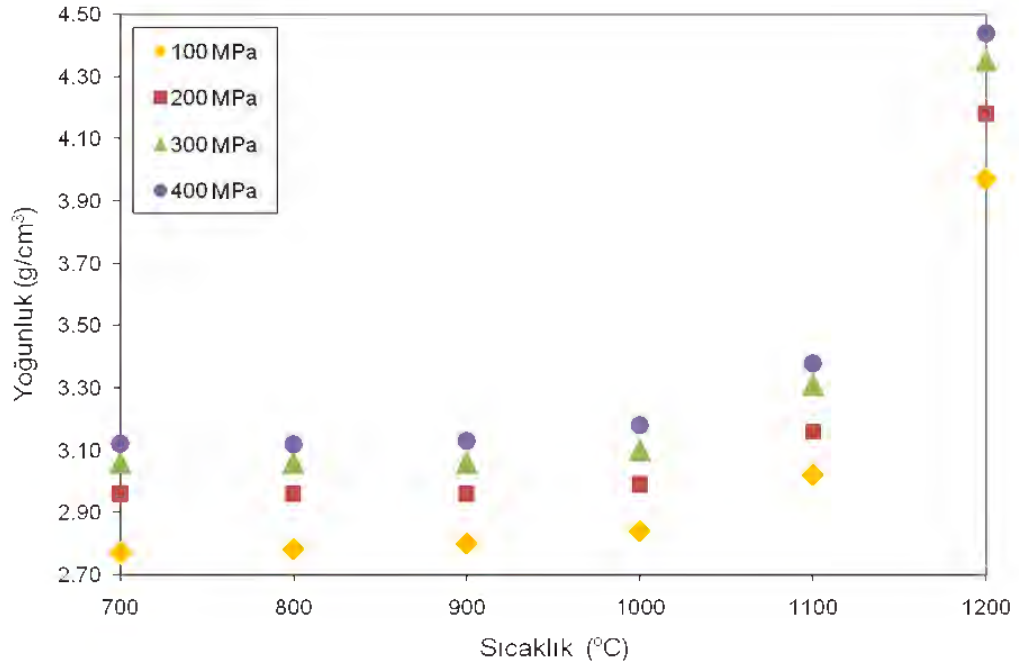
Şekil 8.13. Tek yönlü hidrolik pres ile şekillendirilen ürünlerin pres basıncı yoğunluk ilişkisi

Şekil 8.15’de TZ-B1 için soğuk izostatik pres basıncı, numunelerin ön sinterlenme sıcaklığı ve yoğunluk arasındaki ilişki verilmiştir. 1000 °C’ye kadar yoğunluk artışı çok azken, 1100 °C’de daha fazladır. Bu sıcaklık üzerinde ise numunelerin sinterlenmesinden dolayı yoğunluklar istenilenden (2.90-3,14) çok daha yüksek değerlere ulaşmıştır (3,97-4,44). Elde edilen verilere göre,

şekillendirme basıncına bağlı olarak TZ-B1'e 1100 °C'ye kadar uygulanacak ısıtıl işlem ile ürün arzu edilen yoğunluğa ayarlanabilir.

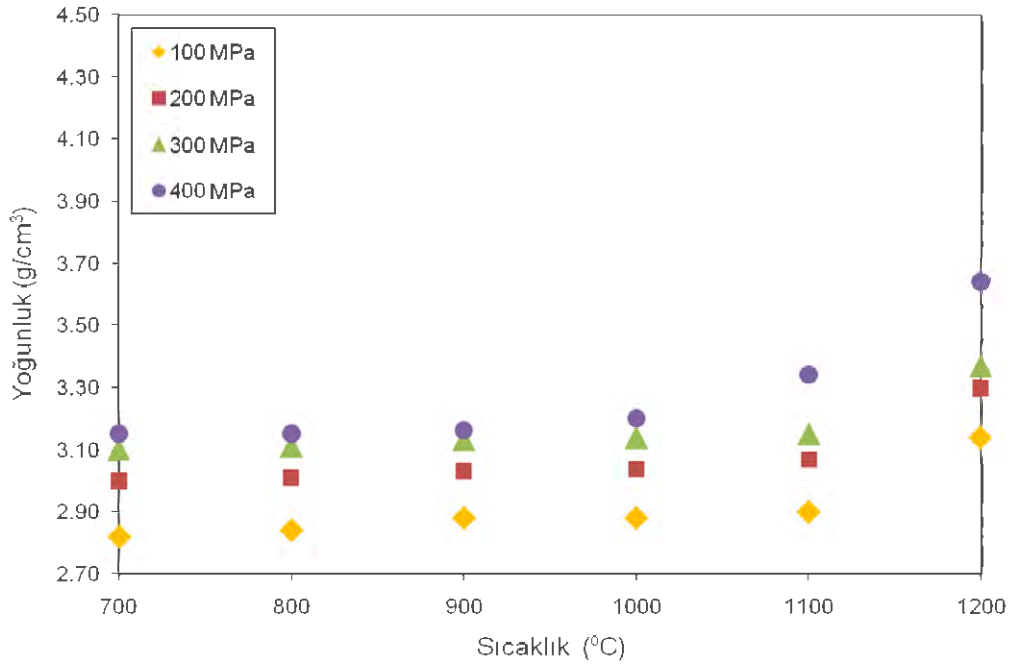


Şekil 8.14. CIP ile şekillendirilen ürünlerin pres basıncı-yoğunluk ilişkisi



Şekil 8.15. TZ-B1 kodlu zirkonya blok için pres basıncı-sıcaklık-yoğunluk ilişkisi

TZ-B2'deki presleme basıncı, sıcaklık ve yoğunluk ilişkisi incelendiğinde (Şekil 8.16), TZ-B1'e benzer olarak 1000 ve 1100 °C'ye kadar yoğunlukta çok fazla bir değişiklik meydana gelmezken, 1200 °C'de söz konusu değer artmıştır. TZ-B1'e kıyasla TZ-B2'nin tane boyutunun daha büyük oluşu [Şekil 8.3 (c) ve 8.4 (c)] yoğunluk artışının TZ-B1'deki kadar keskin olmamasına yol açmaktadır. Sonuçta, 1100 °C'ye kadar yapılacak ön sinterleme ile bloğun yoğunluğu istenilen değere ayarlanabilir.



Şekil 8.16. TZ-B2 için pres basıncı-sıcaklık-yoğunluk ilişkisi

8.2.3. Mikro Sertlik Sonuçları

100-400 MPa basınç altında preslendikten sonra farklı sıcaklıklarda ısıtılma işlemi uygulanan (700-1200 °C) ve yoğunluk değerleri 3,13 g/cm³'e getirilen TZ-B1 ve TZ-B2'den elde edilen Vickers sertlik testi sonuçları Çizelge 8.4'de sunulmuştur. Blokların ham yoğunluklarının basınç ve sıcaklık dengesi ile istenilen değere ayarlanması durumunda sertlikte çok büyük farklılıklar meydana gelmektedir. Örneğin, 100 MPa basınç uygulanarak preslenen ve 1200 °C'de ön sinterlemeye tabi tutulan TZ-B2'nin sertliği HV1 91,2 iken, 400 MPa basınç ile

şekillendirilen ve 700 °C’de ön sinterlenen aynı yoğunluğa (3,13 g/cm³) sahip bloğun sertlik değeri HV1 18,2’dir. Ortaya çıkan bu durum zirkonya bloğun işlenme performansını doğrudan etkilemektedir.

Çizelge 8.4. Zirkonya bloklara ait mikro sertlik değerleri

Blok Kodu	Şekillendirme Basıncı (MPa)	HV1	Standart Sapma
TZ-B1-1	100	91.5	0,8
TZ-B1-2	200	73.8	0,6
TZ-B1-3	300	62.5	0,7
TZ-B1-4	400	32.6	1,1
TZ-B2-1	100	91.2	0,2
TZ-B2-2	200	50.8	0,5
TZ-B2-3	300	46.3	0,4
TZ-B2-4	400	18.2	0,7
Zirkonzahn	*	51.0	0,6

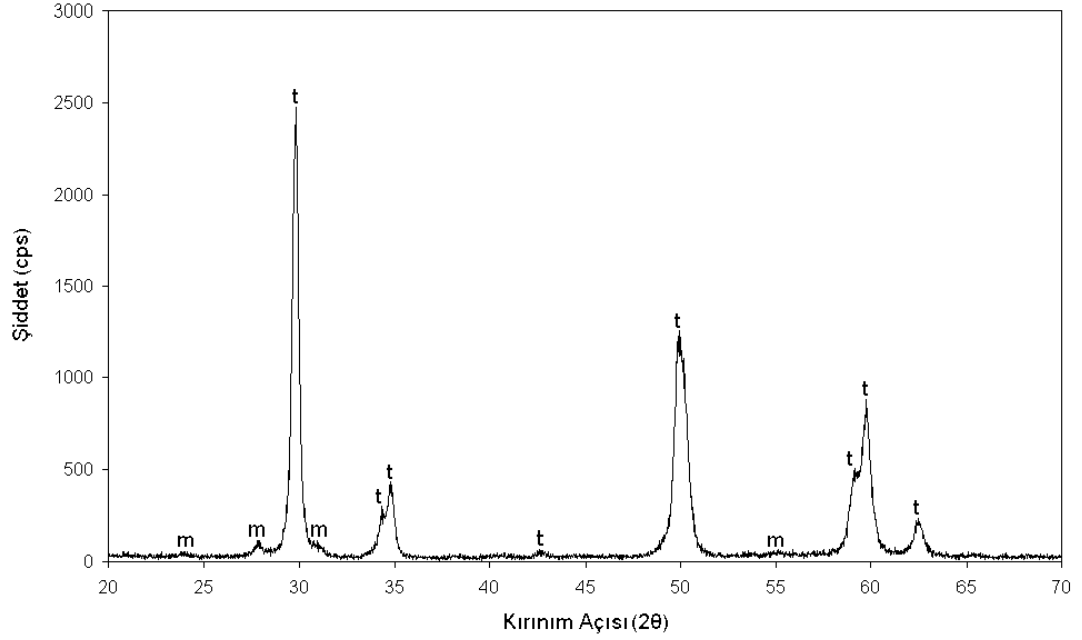
*: Değerler ticari firma tarafından ayarlanmıştır.

Diş teknisyenince profesyonel çalışma ortamında yapılan denemeler sonucu sertlikleri yüksek olan TZ-B1-1 ve TZ-B2-1’nin daha zor işlenebildikleri ve şekillendirmede kullanılan firezleri daha fazla aşındırdıkları, TZ-B1-4 ve TZ-B2-4’ün ise yumuşak olmalarından dolayı çok daha kolay şekillendirilebildiği, teknisyeni yormadığı ve firezleri de fazla aşındırmadığı görülmüştür. Ancak, blokların işlenmesi sırasında yumuşak olmalarından dolayı ürünün ince kenarlarında kırılmalar ve parça kopmaları meydana gelmiştir. Dolayısıyla, sertlik açısından 2 ve 3 numaralı blokların kullanımının daha uygun olduğu belirlenmiştir.

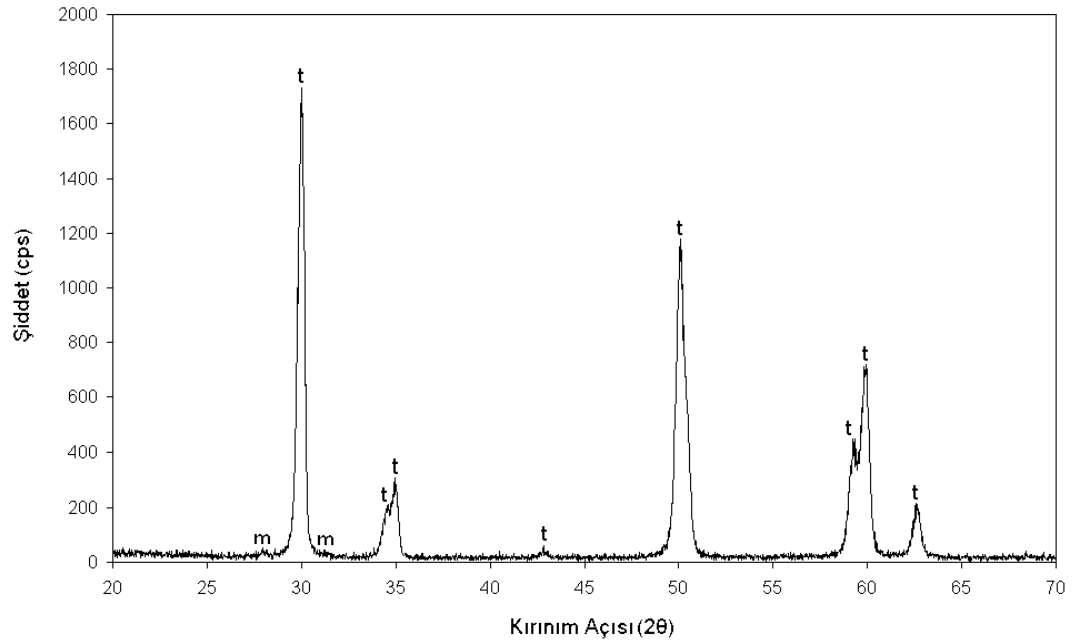
8.2.4. XRD Analizi Sonuçları

Ticari zirkonya bloklara yapılan XRD analizi sonuçları incelendiğinde (Şekil 8.17-8.21) yapıdaki zirkonyum oksidin hemen hemen tamamının yitriya ile

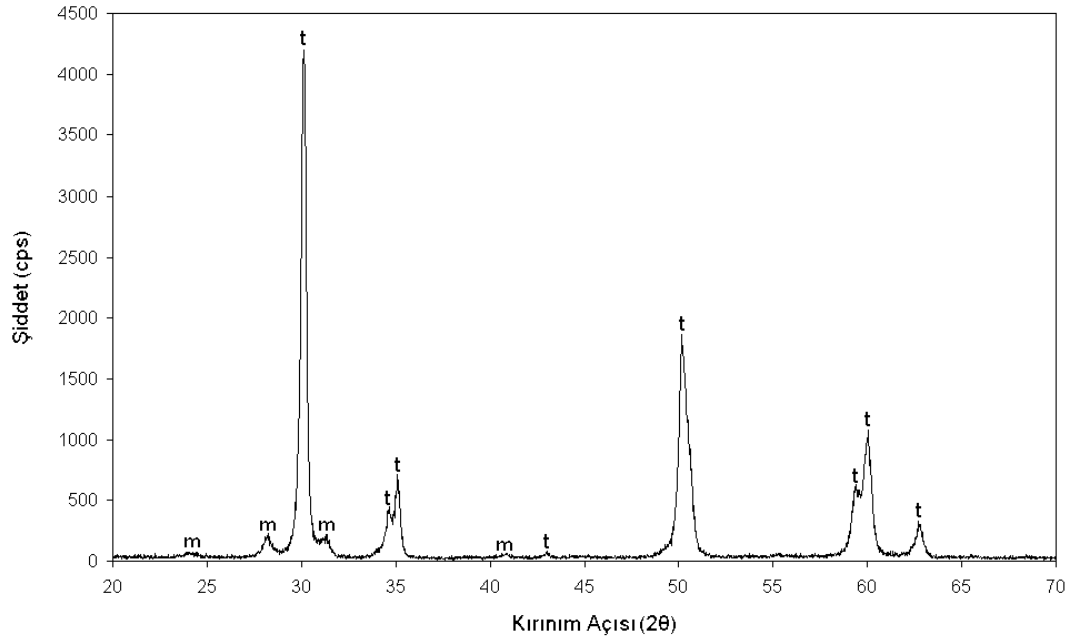
yarı kararlı hale getirilmesinden dolayı (Çizelge 8.2) tetragonal formda olduğu ve ilaveten yapıda çok az miktarda monoklinik zirkonyum oksitin yer aldığı görülmektedir.



Şekil 8.17. Cercon'un XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2)

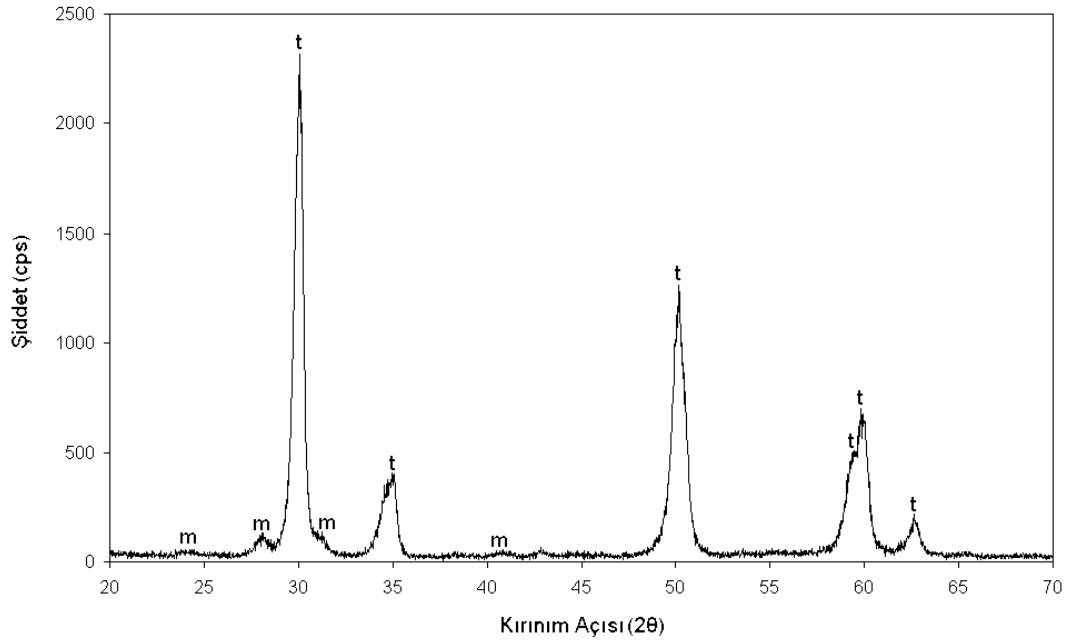


Şekil 8.18. YZ 2000'in XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2)

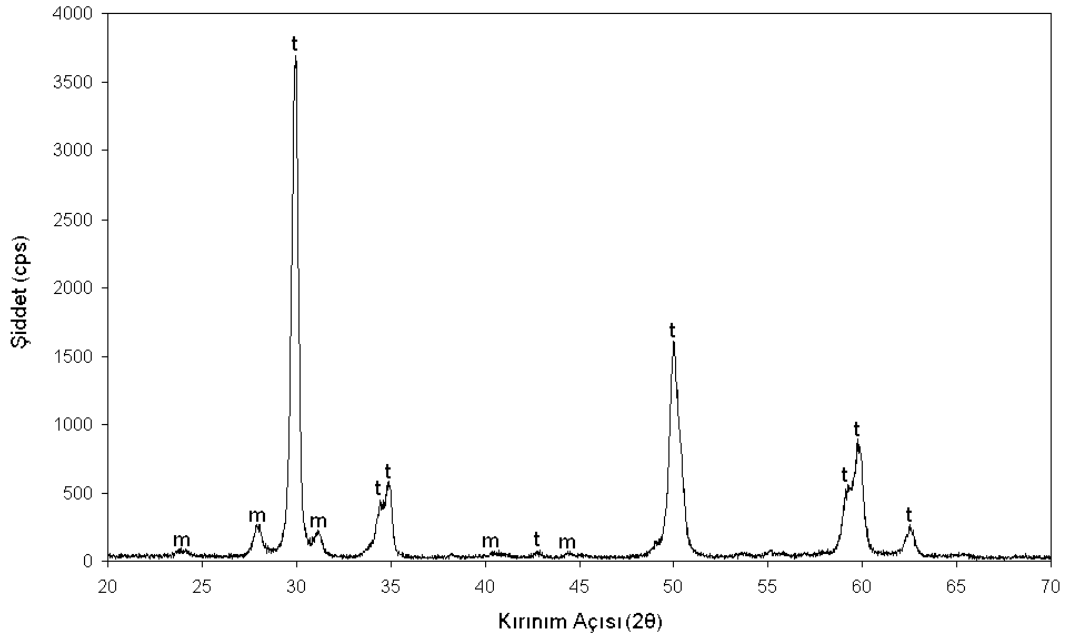


Şekil 8.19. Zirkonzahn'ın XRD deseni (m:monoklinik, t:tetragonal ZrO_2)

Çalışmada üretilen TZ-B1 ve B2'nin XRD desenleri (Şekil 8.1 ve 8.2) ticari bloklarla benzer özellikler sergilemektedir.



Şekil 8.20. TZ-B1'in XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2)



Şekil 8.21. TZ-B2'nin XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO₂)

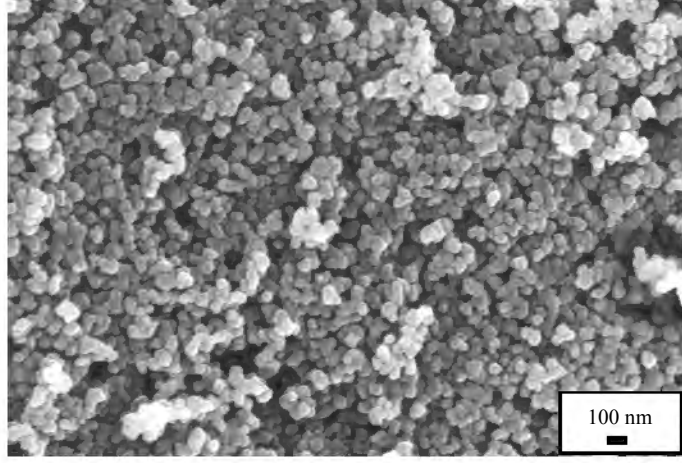
Her iki blok karşılaştırıldığında TZ-B2'de mevcut monoklinik fazın kısmen daha fazla olduğu anlaşılmaktadır. TZP-1 ve TZP-2'nin XRD desenlerine bakıldığında (Şekil 8.1 ve 8.2) benzer bir durumun ortaya çıkması, bu sonucun kullanılan başlangıç tozlarından kaynaklandığını göstermektedir.

8.2.5. SEM Analizi Sonuçları

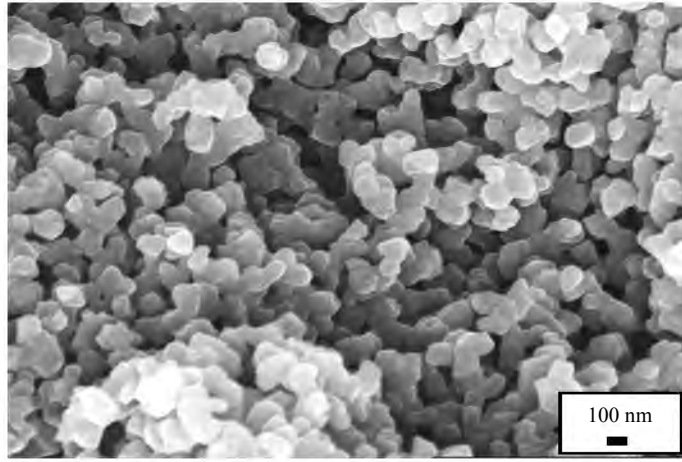
Ticari zirkonya blokların SEM görüntüleri Şekil 8.22'de, çalışmada üretilen zirkonya bloklarıninkiler ise Şekil 8.23'de sunulmuştur.

Mikro yapıları incelendiğinde YZ-2000 ve Zirkonzahn'ı oluşturan zirkonya tanelerinin benzer boyutlarda (100-200 nm), Cercon'da ise tanelerin çok daha küçük (<100 nm) olduğu görülmektedir.

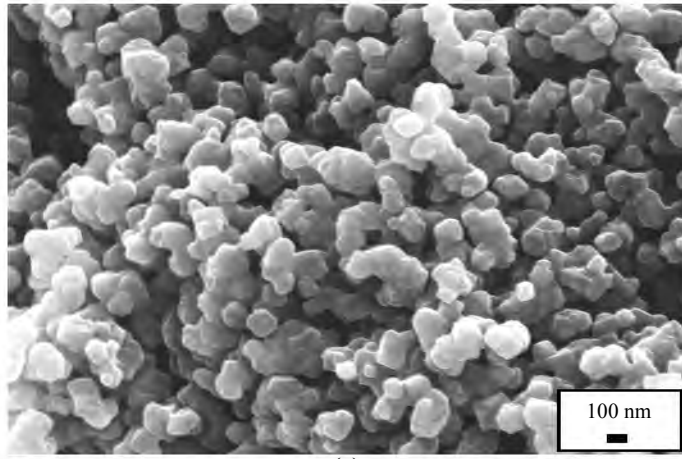
Üretilen zirkonya blokların mikro yapılarına bakıldığında (Şekil 8.23) TZ-B1 Cercon ile TZ-B2 ise YZ 2000 ve Zirkonzahn ile benzerlik arz etmektedir. Cercon'dan elde edilen zirkonya destekler ürünün tane boyutunun küçük olmasından dolayı 1350 °C'de, diğer ticari ürünlerden Zirkonzahn 1500 °C, YZ-2000 ise 1530 °C'de sinterlenmektedir.



(a)

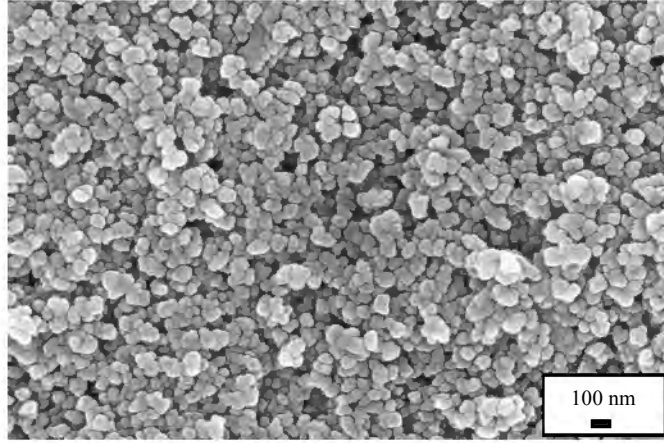


(b)

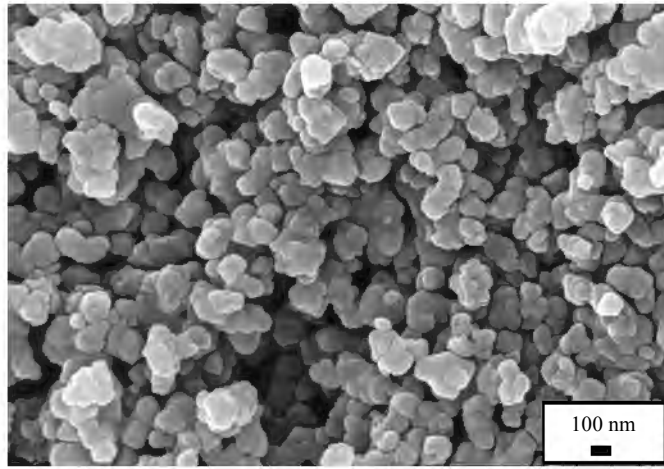


(c)

Şekil 8.22. Cercon (a), YZ 2000 (b) ve Zirkonzahn (c) kodlu zirkonya blokların SEM görüntüleri



(a)



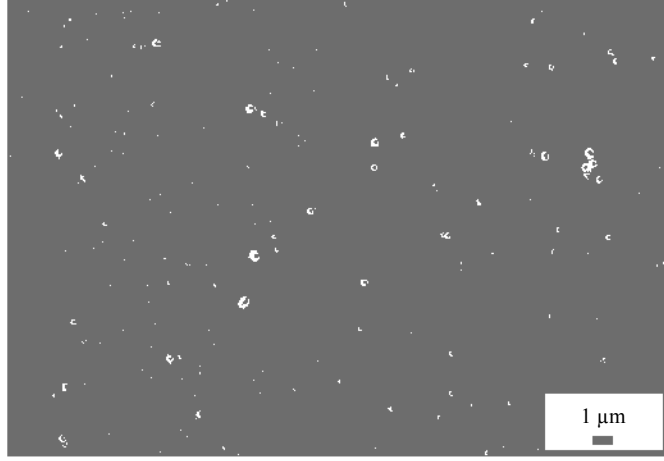
(b)

Şekil 8.23. Üretilen TZ-B1 (a) ve TZ-B2 (b) kodlu zirkonya blokların SEM görüntüleri

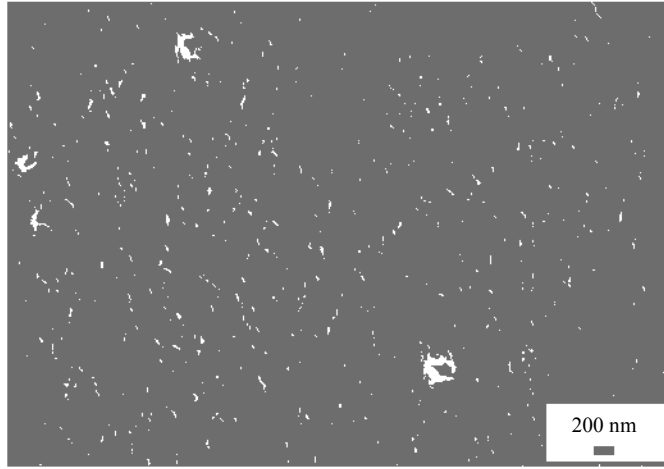
8.3. Sinterlenmiş Zirkonya Desteklere Ait Sonuçlar ve Tartışmalar

8.3.1. SEM analizi sonuçları

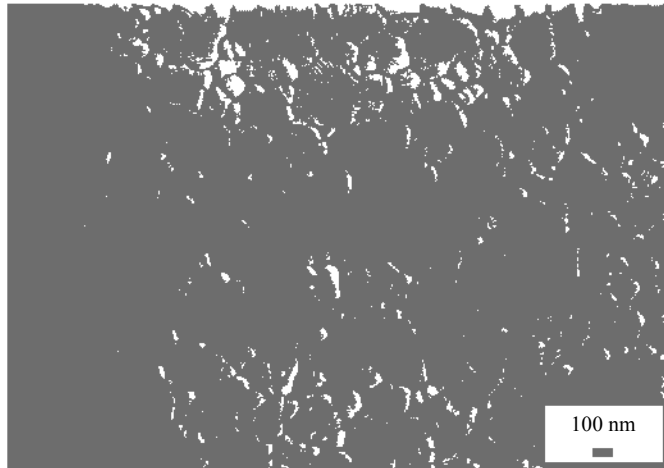
Ticari zirkonya bloklardan elde edilen ve firmaların fırınlarında sinterlenmiş desteklere ait SEM görüntüleri Şekil 8.24-8.27’de sunulmuştur. Ürünlerin tamamının iyi sinterlendiği ve yoğunlaştığı, fakat parlatma sırasında zirkonya ve alümina gibi seramiklerde sıklıkla gözlenen tane çıkmalarının meydana geldiği tespit edilmiştir. Mikroyapılar karşılaştırıldığında, Zirkonzahn ve Cercon’un tane boyutlarının küçük (100-500 nm), YZ 2000’in ise daha büyük olduğu saptanmıştır (200 nm-1 μ m).



(a)

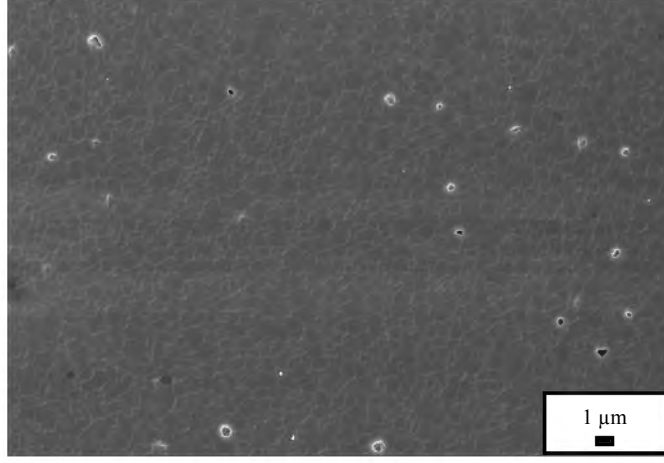


(b)

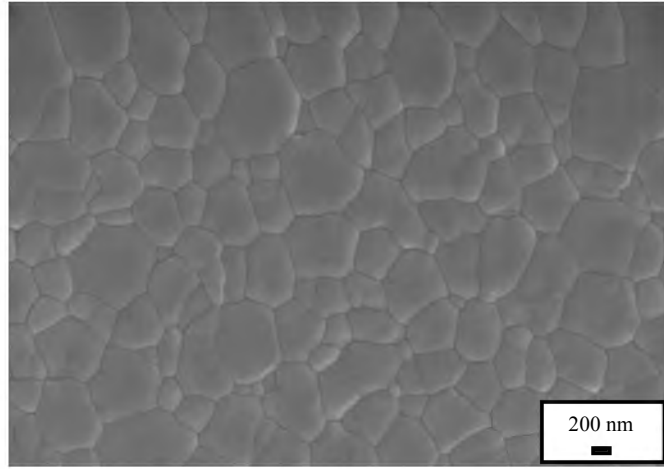


(c)

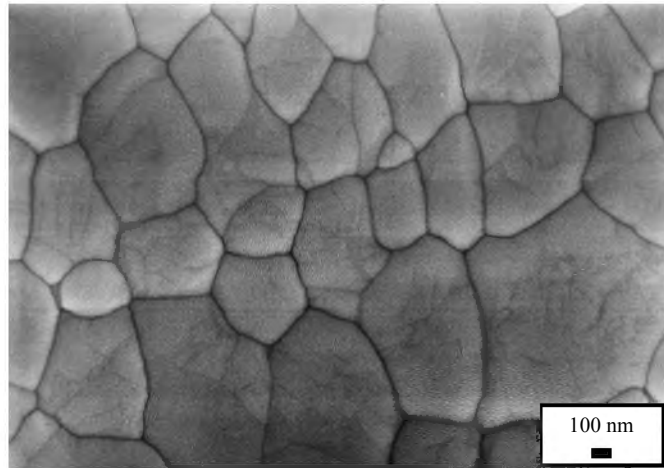
Şekil 8.24. Cercon bloğundan üretilen sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri



(a)

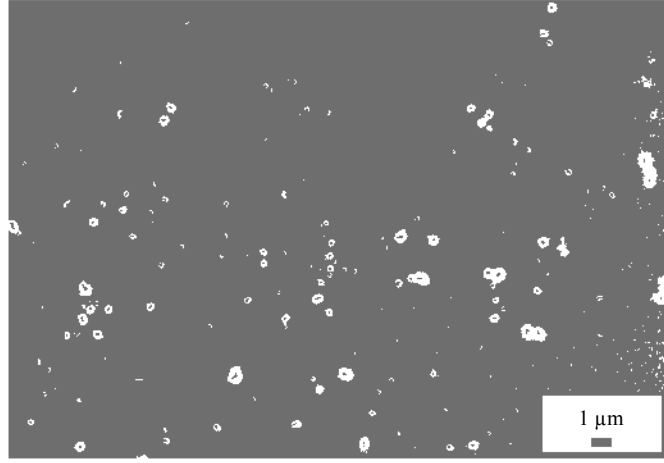


(b)

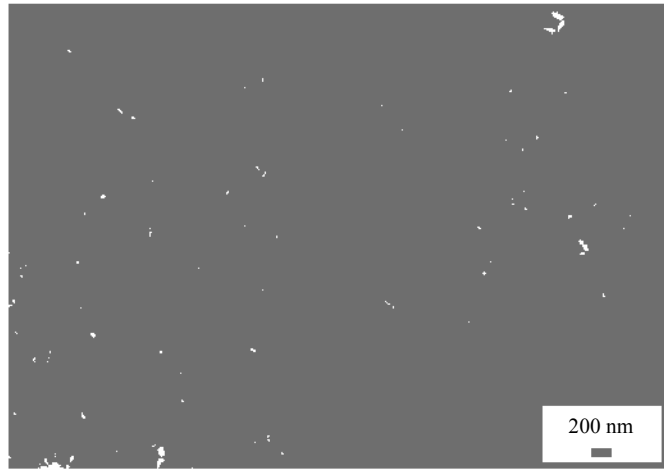


(c)

Şekil 8.25. YZ 2000 bloğundan üretilen sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri



(a)

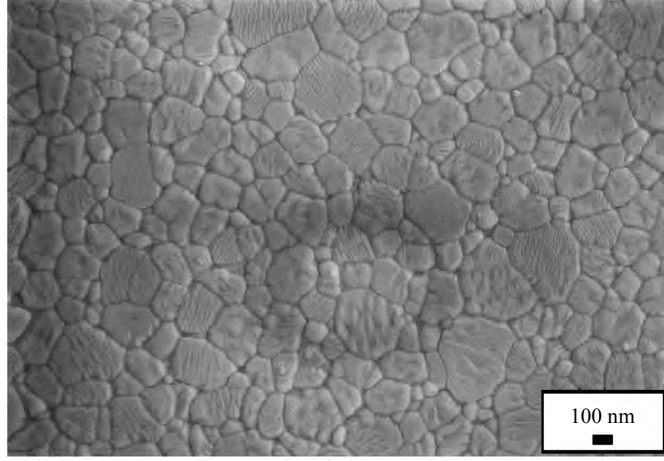


(b)

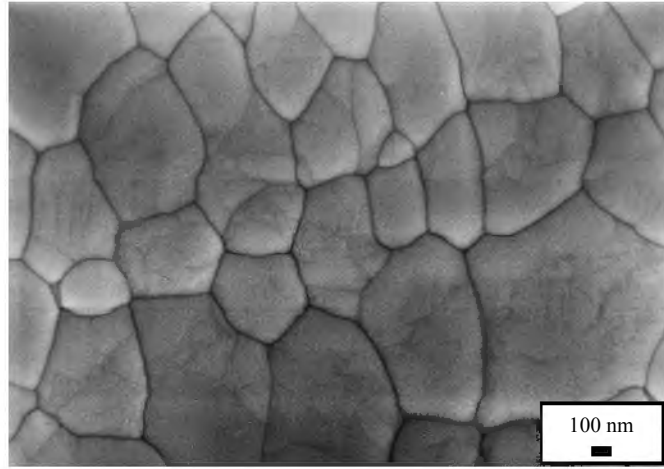


(c)

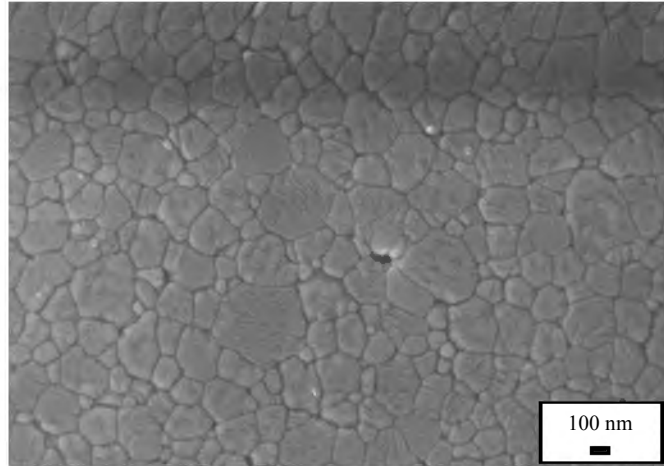
Şekil 8.26. Zirkonzahn bloğundan üretilen sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri



(a)



(b)



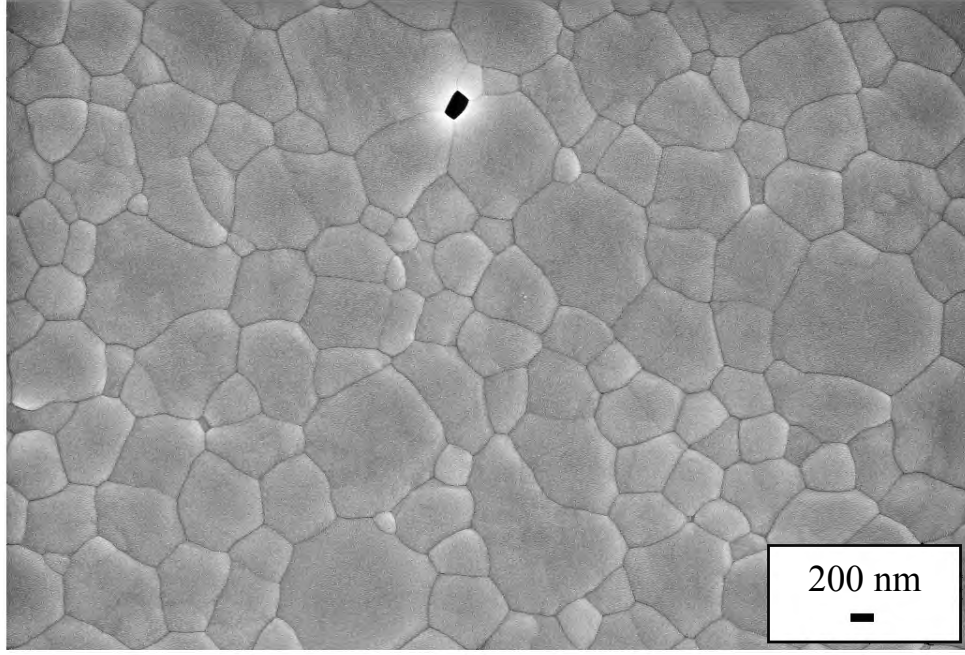
(c)

Şekil 8.27. Ticari bloklardan üretilen zirkonya desteklerin mikro yapılarının karşılaştırılması
(a) Cercon, (b) YZ 2000, (c) Zirkozahn

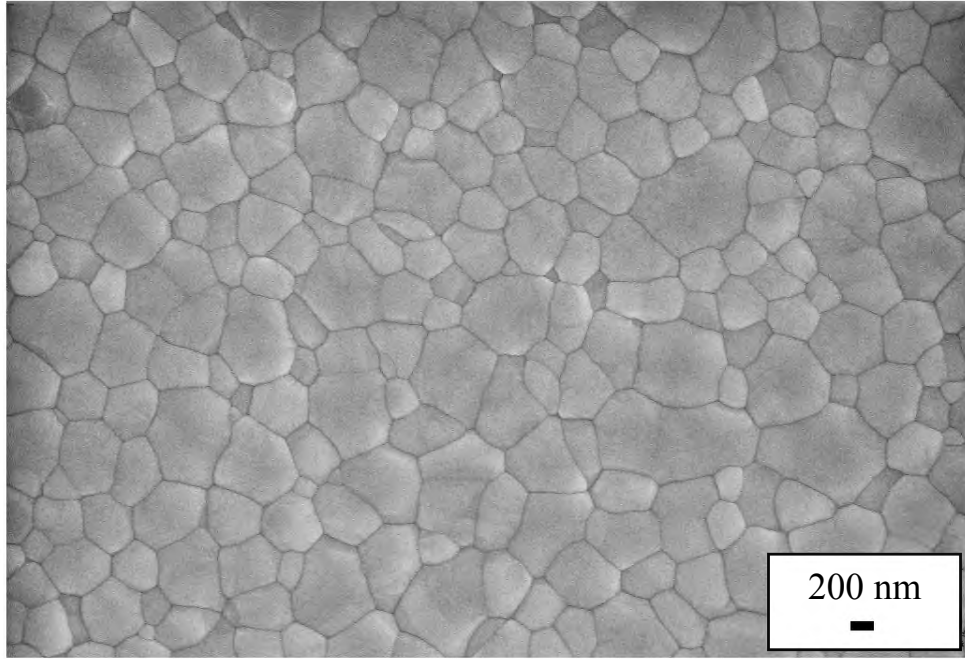
Sinterlenmiş Cercon desteğinin tane boyutunun küçük olması, ürünün başlangıç tane boyutu, sinterlenme sıcaklığı ve süresi ile ilişkilidir. Sinterlenen seramik ürünlerin tane büyümesi üzerindeki en etkin parametreler sinterleme sıcaklığı ve bu sıcaklıktaki bekleme süresidir [221-223]. Özellikle yoğunlaşmanın son evresinden sonra (% 93 teorik yoğunluğun üzerinde) yapıda tane sınırlarının hareketini kısıtlayan ve yavaşlatan yeterli por kalmadığı için tane büyümesinin meydana gelmesi kaçınılmazdır. Özellikle ürünün sinterlenme sıcaklığının üzerindeki pişirim sıcaklığı söz konusu büyümeyi daha da hızlandırmaktadır. Dolayısıyla, tane büyümesinin engellenmesi için mümkün olan en düşük sıcaklıkta ve sürede sinterleme işleminin gerçekleştirilmesi gerekmektedir [221-223]. Sonuç olarak başlangıç tane boyutunun küçük oluşu ve pişirimin diğer ticari ürünlerden daha düşük sıcaklıkta (1350 °C) gerçekleştirilmesi Cercon kodlu üründen hazırlanan sinterlenmiş nihai ürünün tane boyutunun da küçük olmasına sebep olmuştur.

YZ-2000 ve Zirkonzahn desteklerinin tane boyutları birlikte incelendiğinde (Şekil 8.28) Zirkonzahn'ın tane boyutu daha küçüktür (100-500 nm). Ürünlerin sinterlenme sıcaklıkları ve süreleri sırasıyla 1530 °C, 120 dk. ve 1500 °C, 20 dk.'dır. Literatür araştırmaları [221-223] ve elde edilen sonuç birlikte değerlendirildiğinde, maksimum sıcaklık ve bu sıcaklıktaki bekleme sürelerindeki farklılığın YZ-2000 desteğinin daha büyük tane boyutuna sahip olmasına yol açtığı düşünülmüştür. TZ-B2 desteğinin her iki firmanın fırınında da pişirilmesi sonrası elde edilen mikro yapı görüntülerince (Şekil 8.28), Vita Firması'nın fırınında sinterlenen desteğin tane boyutu beklenildiği gibi daha büyüktür. Ancak, söz konusu fark YZ-2000 ve Zirkonzahn ürünlerinin arasındaki kadar fazla değildir (Şekil 8.27). Buradan hareketle, YZ-2000 desteğinin tane boyutunun fazla olmasının pişirim süresinden ziyade bloğun üretiminde kullanılan tozun sinterlenme karakterinden kaynaklandığı açıkça söylenebilir.

Çalışmada üretilen bloklardan hazırlanan desteklerin ticari firmaların pişirim koşullarında sinterlenmesi sonucunda ortaya çıkan mikro yapı görüntüleri Şekil 8.29-8.32'de verilmiştir.



(a)



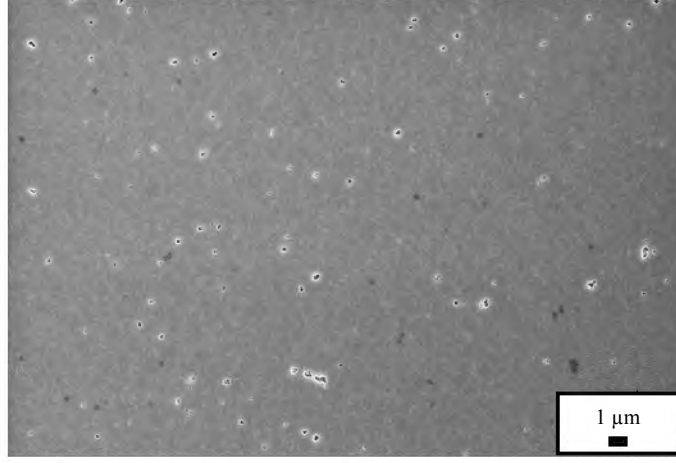
(b)

Şekil 8.28. TZ-B2 desteğinin Vita (a) ve Zirkozahn (b) Firmaları'na ait fırınlarda sinterlenmesi sonucu elde edilen mikro yapılarının karşılaştırılması

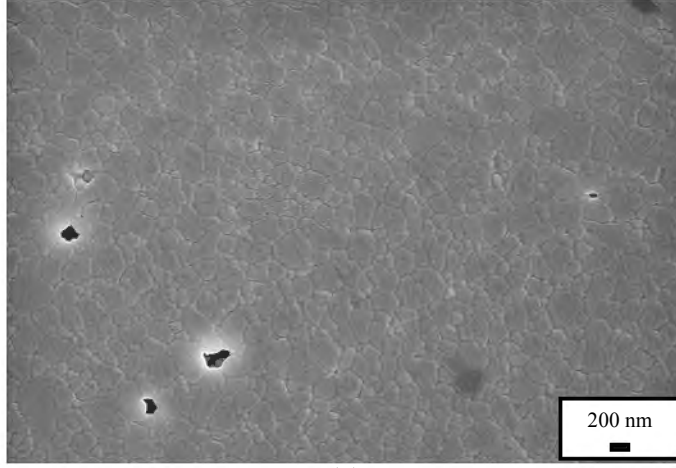
Ham yoğunluğu Cercon Firması'na göre ayarlanan ($2,90 \text{ g/cm}^3$) TZ-B1 ve TZ-B2'den üretilen ve sinterlenme işlemi ilgili firmanın fırınında gerçekleştirilen desteklerin (TZ-B1_Cercon ve TZ-B2_Cercon) mikro yapı görüntülerine bakıldığında (Şekil 8.29-8.30), TZ-B1_Cercon desteğinin çok iyi bir şekilde

sinterlendiği, aşırı tane büyümesinin gözlenmediği, sadece parlatmadan kaynaklanan tane çıkması hatalarının olduğu ifade edilebilir. TZ-B2_Cercon desteğinde ise arzulanan sinterlenme meydana gelmemiştir. TZP-2 tozundaki granülleri oluşturan birincil tanelerin boyutunun TZP-1'inkinden daha büyük olduğu hatırlandığında (Şekil 8.9 ve 8.10), TZP-2 kullanılarak hazırlanan ürünün sinterlenmesinin 1350 °C'de 1,5 saat'te tamamlanması normaldir. TZ-B2_Cercon desteğinin istenilen yoğunluğa ulaşması için sıcaklığın veya tepe sıcaklığındaki bekleme süresinin arttırılması gerekmektedir. Ticari fırınların programlarının değiştirilmesi mümkün olmadığı için bu toz (TZP-2) ile üretilcek ürünlerin Cercon Firması'nın fırınında pişirilmesinin mümkün olmadığı tespit edilmiştir. TZ-B1_Cercon'dan elde edilen ürünün mikro yapısı Cercon'un ki ile karşılaştırıldığında oldukça benzerdir olduğu görülmektedir. Dolayısıyla, TZP-1 ile yapılan bloktan hazırlanan ürünlerin söz konusu fırında rahatlıkla sinterlenebileceği belirtilmiştir.

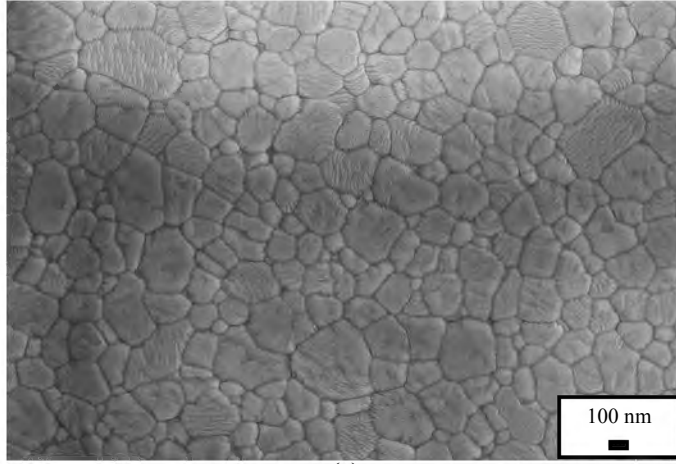
Vita Firması'na göre ham yoğunluğu ayarlanan (3,05 g/cm³) bloklardan hazırlanan ve firmanın fırınında pişirilmesi sonucu elde edilen desteklerin (TZ-B1_YZ-2000 ve TZ-B2_YZ-2000) mikro yapı fotoğrafları Şekil 8.31-8.32'de sunulmuştur. Ürünlerin mikro yapıları kıyaslandığında her ikisinin de 1530 °C'de 120 dk.'da iyi bir şekilde sinterlendikleri ve yüksek yoğunluğa ulaştıkları görülmüştür. Tane boyutları karşılaştırıldığında TZ-B2_YZ-2000'ninki biraz daha büyüktür. Tozların başlangıç tane boyutundaki farkın yaklaşık yarı yarıya olduğu düşünüldüğünde, pişirim sonrası bu farkın kapanmış olması TZ-B1_YZ-2000 ürünündeki tanelerin sinterleme sırasında daha fazla büyüdüğünü işaret etmektedir. Söz konusu ürünün 1350 °C'de 1,5 saatte sinterlenebildiği göz önüne alındığında, 150 °C ve 30 dk.'lık farkın tane büyümesine sebep olması muhtemeldir. Şekil 8.29 (b) ve 8.31 (b)'deki belirtilen mikro yapılardan bu farkın sebep olduğu tane boyutlarındaki artış açıkça anlaşılmaktadır.



(a)

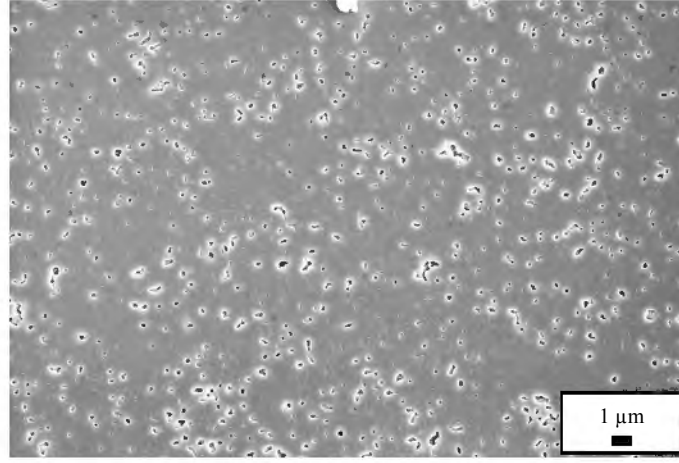


(b)

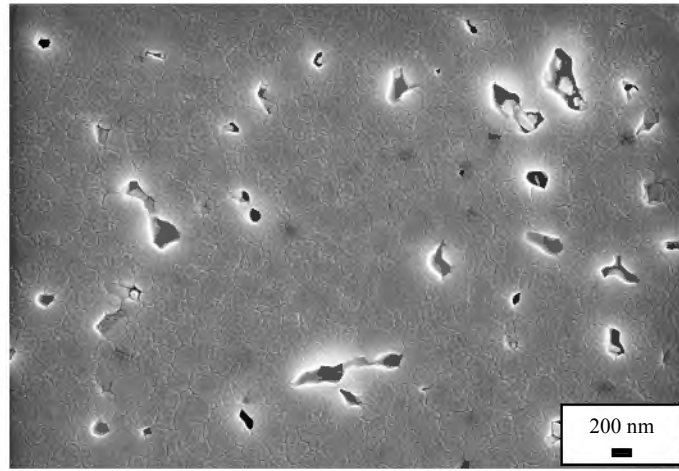


(c)

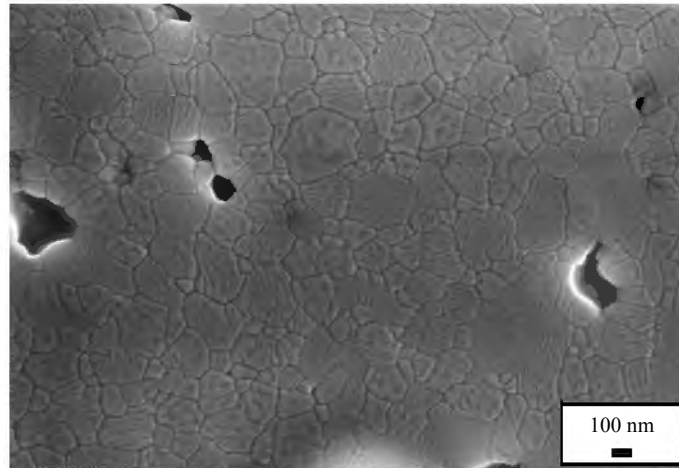
Şekil 8.29. TZ-B1 bloğundan üretilen ve Cercon Firması'nın fırınında sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri



(a)

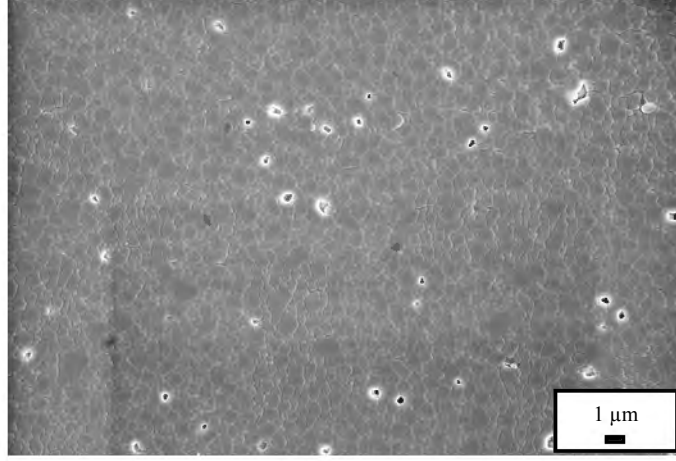


(b)

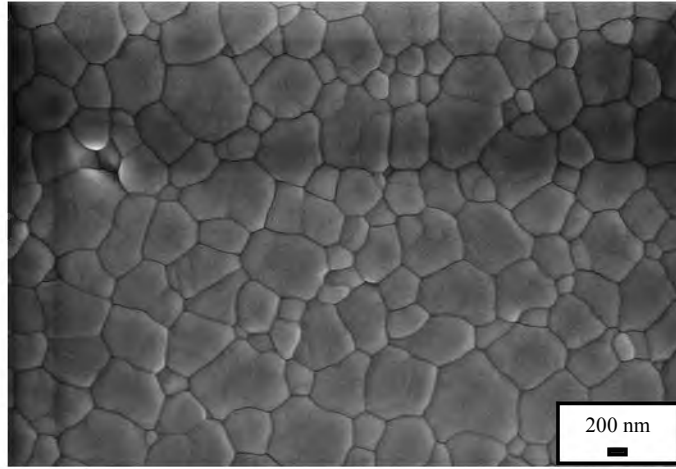


(c)

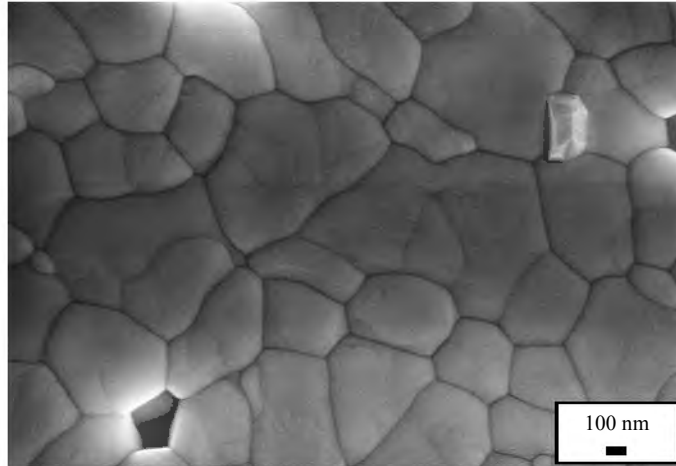
Şekil 8.30. TZ-B2 bloğundan üretilen ve Cercon Firması'nın fırınında sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri



(a)

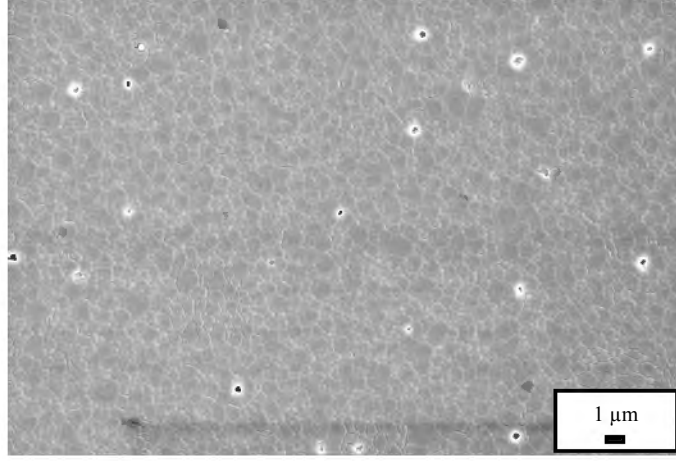


(b)

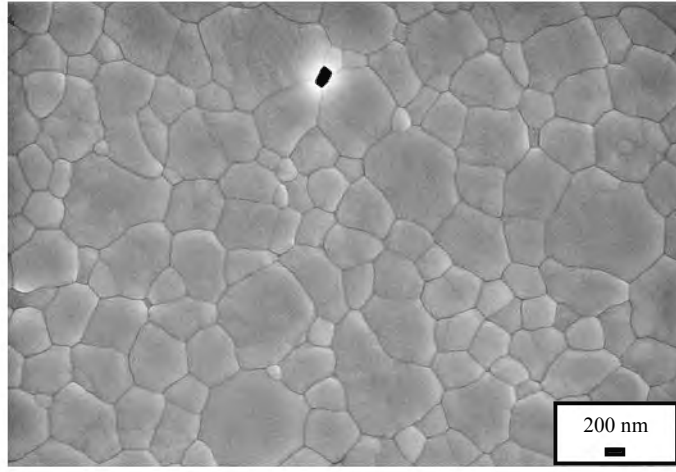


(c)

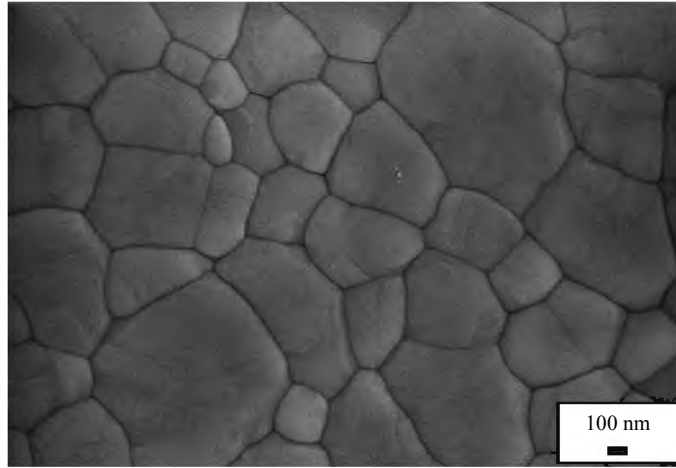
Şekil 8.31. TZ-B1 bloğundan üretilen ve Vita Firması'nın fırınında sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri



(a)



(b)

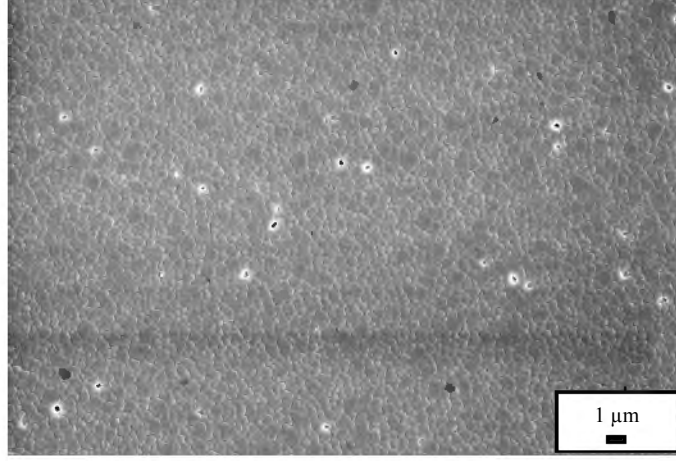


(c)

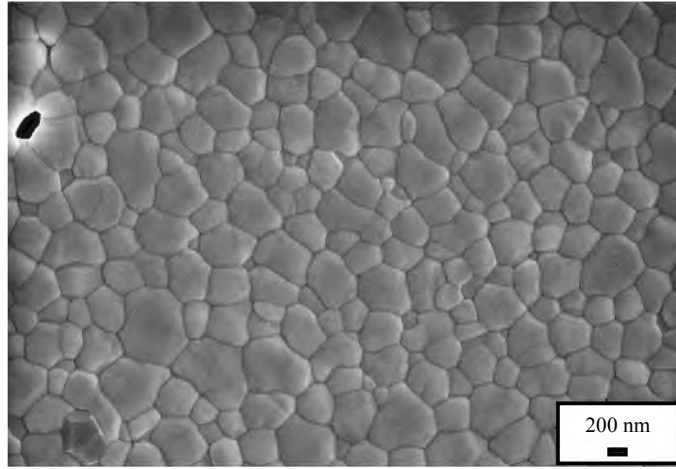
Şekil 8.32. TZ-B2 bloğundan üretilen ve Vita Firması'nın fırınında sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri

Şekil 8.25 ve 8.32'ye bakıldığında TZ-B2_YZ-2000 desteğinin YZ-2000 ile benzer bir mikro yapıya sahip olduğu anlaşılmaktadır. Sonuçta, TZ-B2_YZ-2000'nin işlenmesi ile elde edilen desteğin Vita Firması'nın fırınında sinterlenebileceği ve ticari ürün ile yakın sonuçların alınabileceği saptanmıştır.

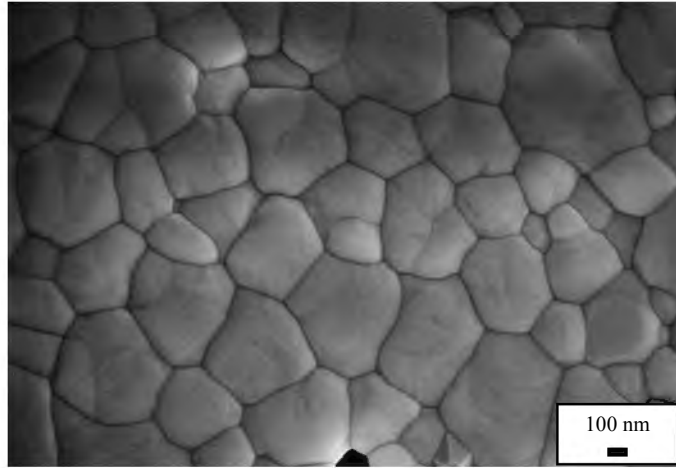
Zirkonzahn kodlu blok ile aynı ham yoğunluğa getirilen ($3,13 \text{ g/cm}^3$), TZ-B1 ve B2'den üretilmiş (TZ-B1_Zirkonzahn ve TZ-B2_Zirkonzahn) ve ilgili firmanın fırınında 1500°C 'de 20 dk. sinterlenmiş desteklerin mikro yapı görüntüleri Şekil 8.33-8.34'de verilmiştir. Her iki üründe iyi bir şekilde sinterlenmiş ve yoğunlaşmıştır. Başlangıç tane boyutları dikkate alınarak sinterleme sonrasındaki durum karşılaştırıldığında, Vita Firması'nın fırınında ürünlerin pişirilmesinde olduğu gibi TZ-B1_Zirkonzahn desteğinde daha fazla tane büyümesi görülmektedir. Zirkonzahn Firması'nın ticari ürününün mikro yapısı ile sonuçlar karşılaştırıldığında, çalışmada üretilen bloklar ile hazırlanan desteklerin tane boyutunun çok daha büyük olduğu saptanmıştır (Şekil 8.26, 8.33 ve 8.34). 1500°C 'de sinterlenen Zirkonzahn desteğinin mikro yapısının Cercon fırınında 1350°C 'de pişirilen TZ-B1_Cercon desteğinin mikro yapısı ile benzerliği (Şekil 8.26 ve 8.29); çalışmada kullanılan tozların $1350\text{-}1400^\circ\text{C}$ gibi düşük sıcaklıklarda sinterlenebilme özelliğine sahip olduğu, dolayısıyla 1500°C 'de tane büyümesinin meydana geldiği ve Zirkonzahn ürününün yapımında kullanılan tozun 1500°C gibi yüksek sıcaklıkta sinterlenebilme özelliğine sahip olduğu sonuçlarını doğrulamaktadır. TZP-1 ve TZP-2 tozlarından hazırlanan ürünlerin sinterleme sıcaklığı-mikroyapı ilişkisi Şekil 8.35 ve 8.36'te açık bir şekilde gösterilmiştir. Mikro yapılar incelendiğinde TZ-B1 ürünün 1350°C 'de sinterlendiği ve bu sıcaklığın üzerinde tane büyümesinin meydana geldiği, TZ-B2'de ise TZP-2 tozunun tane boyutunun daha büyük oluşundan dolayı sinterlenmenin 1400°C 'de tamamlandığı ve sonrasında benzer biçimde tanelerin büyüdüğü anlaşılmaktadır. Sonuç olarak, üretilen desteklerin 1500°C 'den daha düşük sıcaklıklarda sinterlenmeleri mümkündür. Dolayısıyla, bu durum enerji ve fırın maliyeti açısından büyük önem taşımaktadır.



(a)

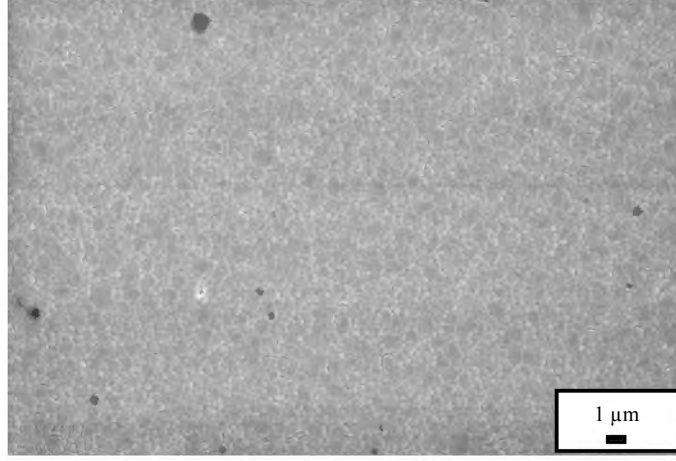


(b)

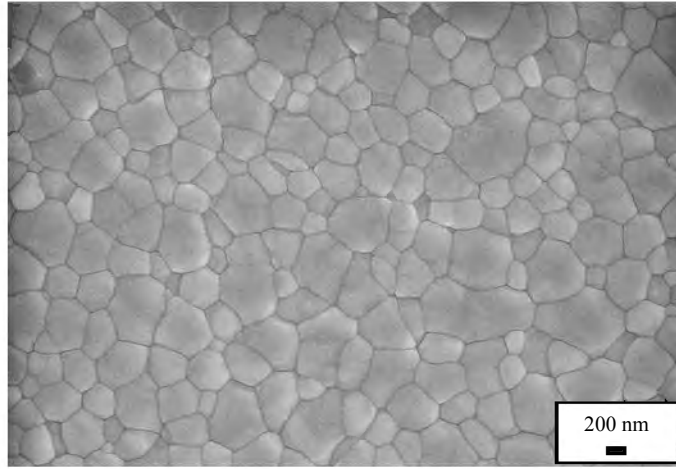


(c)

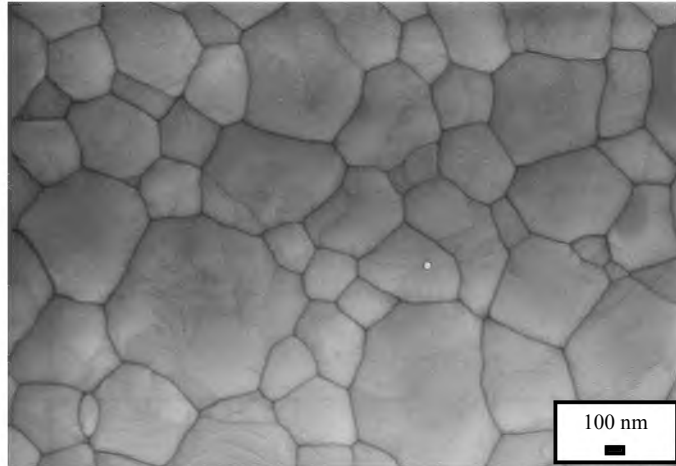
Şekil 8.33. TZ-B1 bloğundan üretilen ve Zirkonzahn Firması'nın fırınında sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri



(a)

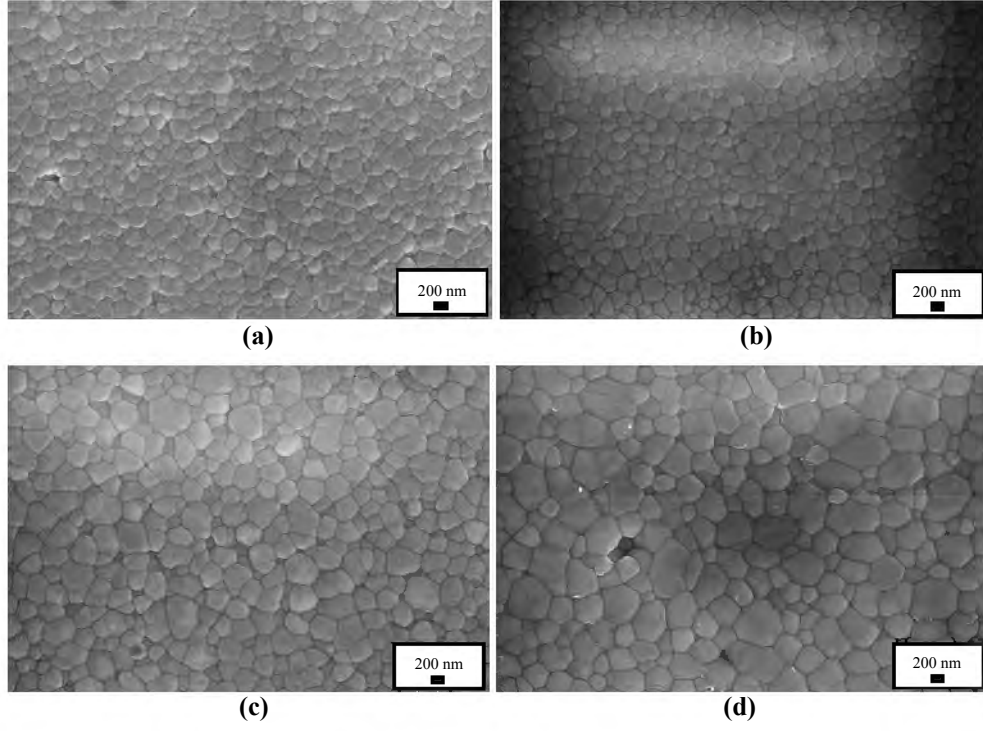


(b)

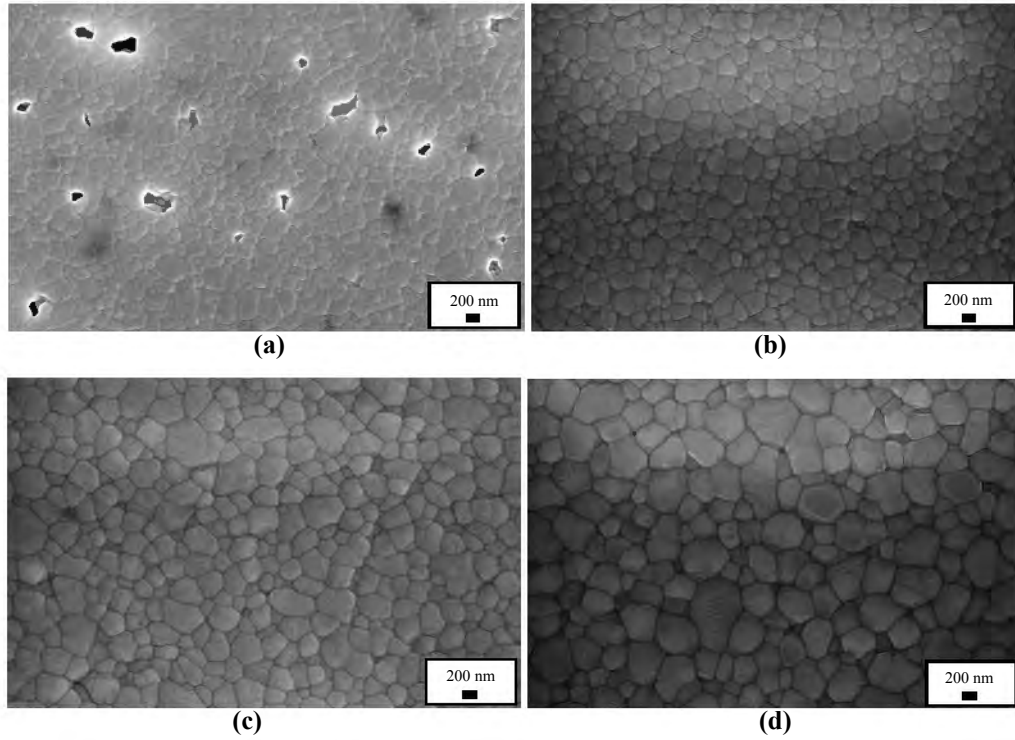


(c)

Şekil 8.34. TZ-B2 bloğundan üretilen ve Zirkonzahn Firması'nın fırınında sinterlenmiş zirkonya desteklerin farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri



Şekil 8.35. TZ-B1'den üretilen 1350 °C (a), 1400 °C (b), 1450 °C (c) ve 1500 °C'de (d) sinterlenmiş zirkonya desteklerin SEM görüntüleri



Şekil 8.36. TZ-B2'den üretilen 1350 °C (a), 1400 °C (b), 1450 °C (c) ve 1500 °C'de (d) sinterlenmiş zirkonya desteklerin SEM görüntüleri

8.3.2. Pişme küçülmesi sonuçları

Ticari bloklardan ve ham yoğunlukları ticari ürünler ile aynı değere getirilen TZ-B1 ve TZ-B2 bloklarından çubuk formunda hazırlanan numunelerin ilgili firmaların pişirim programında sinterlenmesi sonucu meydana gelen küçülmeler Çizelge 8.5’de belirtilmiştir.

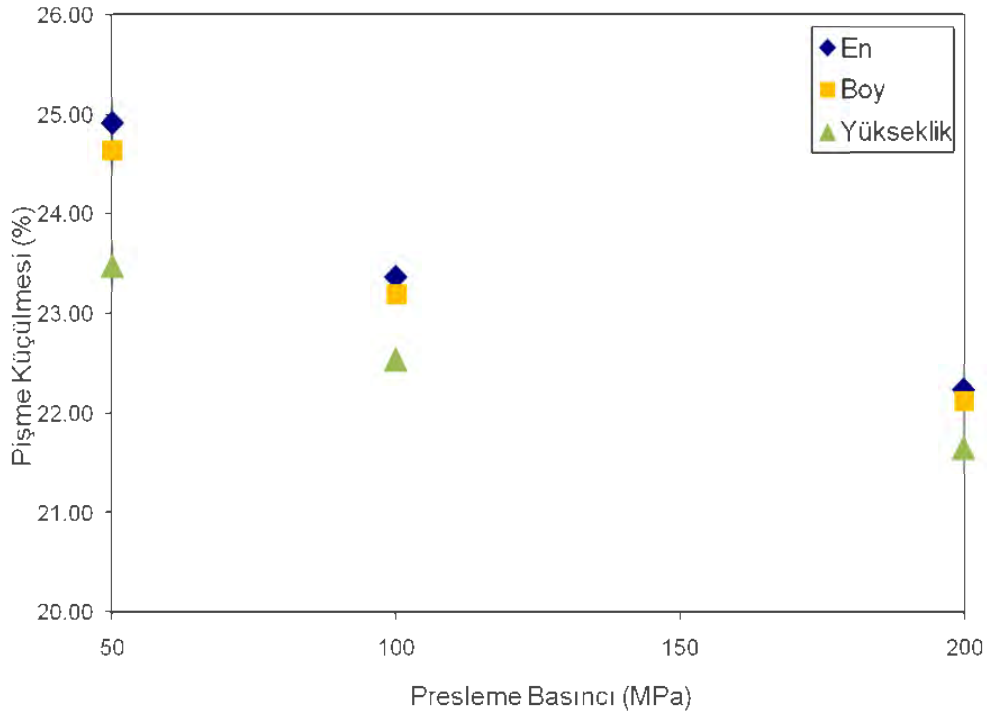
Çizelge 8.5. Tüm zirkonya ürünlere ait pişme küçülmesi değerleri

Blok Kodu	Şekillendirme Basıncı (MPa)	Pişme Küçülmesi (%)	Standart Sapma
Vita YZ-2000	*	20,66	0,18
TZ-B1_Vita	200	20,73	0,10
TZ-B2_Vita	200	20,62	0,09
Zirkonzahn	*	19,21	0,16
TZ-B1_Zirkonzahn	200	19,39	0,07
TZ-B2_Zirkonzahn	200	19,28	0,05
Cercon	*	24,79	0,11
TZ-B1_Cercon	100	24,71	0,04
TZ-B2_Cercon	100	20,83	0,08

*: Değerler ticari firmalar tarafından ayarlanmıştır.

Ticari numunelerin pişme küçülmesi verilerine bakıldığında ham yoğunluğu en düşük olan Cercon ($2,90 \text{ g/cm}^3$) Eşitlik 8.1’de belirtilen formüle uygun olarak diğerlerinden daha fazla küçülürken (% 24,79), sonrasında $3,05 \text{ g/cm}^3$ ham yoğunluğa sahip YZ-2000 (% 20,66) ve $3,12 \text{ g/cm}^3$ yoğunluklu Zirkonzahn (% 19,21) gelmektedir. TZ-B1 ve 2 numunelerinin pişme küçülmeleri ticari ürünlerinkiyle çok yakın değerlere ulaşılmıştır.

Üretilen desteğin sinterlendikten sonra üç boyutta da eşit küçülmesi son ürünün model üzerine ve sonrasında hasta ağzına problemsiz yerleştirilebilmesi bakımından çok önemlidir. Şekil 8.37’de tek yönlü pres ile üretilmiş örneğin pişirim sonrası boyutsal değişimleri verilmiştir.

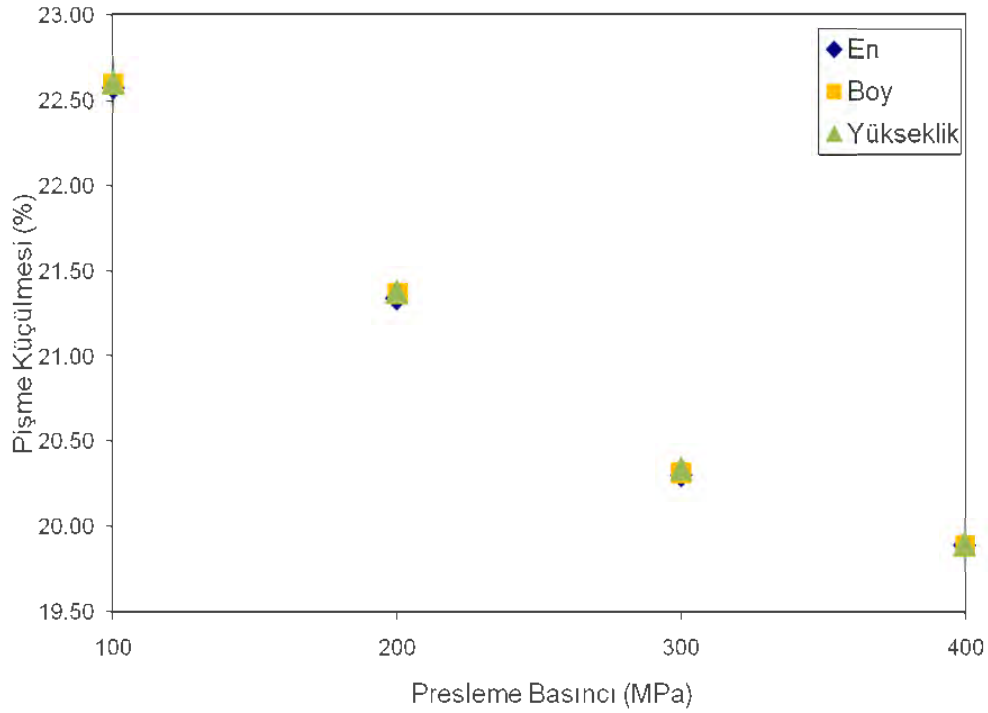


Şekil 8.37. Tek yönlü pres ile üretilmiş numunenin sinterleme sonrası boyutsal değişimi

Görüldüğü gibi (Şekil 8.37) tek yönlü pres ile şekillendirilen numunelerin sinterlenmesi sonucu yönlere bağlı küçülmeler ortaya çıkmıştır. Özellikle ürünün yüksekliği (presleme yönü) en ve boyundan daha az küçülmektedir. Bu durum ürünün homojen olmayan preslenmesinden kaynaklanmaktadır [219, 220].

Şekil 8.38’de CIP ile şekillendirilen bir numunedeki sinterleme sonrası boyutsal değişimler gösterilmiştir. Grafik sıvı içinde her yönden eşit basınç ile preslenen üründe pişirim sonrası meydana gelen küçülmenin her yönde eşit olduğu anlaşılmaktadır. Diş teknisyenlerince gerçekleştirilen denemelerde de CIP ile şekillendirilerek hazırlanan bloklardan işlenen desteklerin sinterlenme sonrası her hangi bir problemle karşılaşılmadan model üzerine oturduğu ve rahatlıkla kullanılabildiği görülmüştür.

Sonuç olarak tek eksenli pres ile hazırlanan blokların zirkonya destek üretiminde kullanılmalarının pişme küçülmesi bakımından uygun olmayacağı belirlenmiştir.

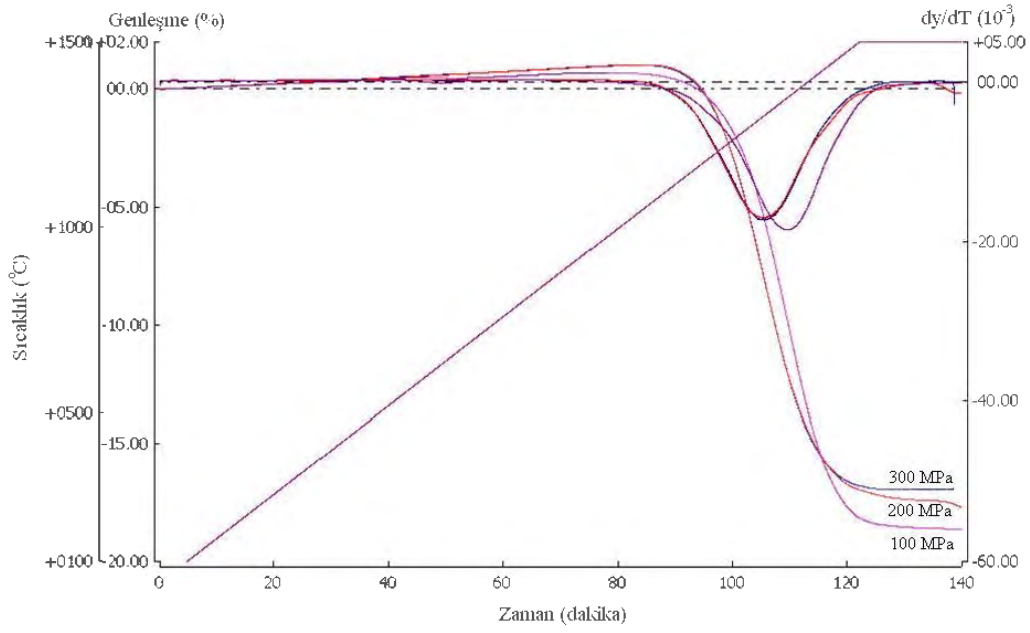


Şekil 8.38. CIP ile şekillendirilmiş bloktan hazırlanan numunenin sinterleme sonrası boyutsal değişimi

8.3.3. Sinterleme analizi sonuçları

Zirkonya destek üretiminde presleme basıncının TZP-2 ile yapılan ürünün sinterlenmesine olan etkisi Şekil 8.39’de verilen optik dilatometre eğrisinde sunulmuştur. Beklendiği gibi presleme basıncının dolayısıyla ham yoğunluğun artması sonucu ürün daha hızlı sinterlenmekte ve pişme küçülmesi de azalmaktadır. Küçülme eğrisinin türevine bakıldığında şekillendirme basıncının 100 MPa’dan 200 MPa’a çıkmasıyla eğrinin sola doğru kayması sinterlenmenin daha erken başladığını açıkça göstermektedir. 200 ve 300 MPa ile şekillendirilen ürünlerin sinterlenme davranışlarında ise herhangi bir farklılık olmamakla birlikte 300 MPa’lık üründe daha az küçülme meydana gelmiştir.

Zirkonya ürünlerin sinterlenme davranışları Termo Mekanik Analiz (TMA) ile de incelenmiştir. Şekil 8.40-8.42’de ticari ürünlerden, Şekil 8.43-8.45’de TZ-B1_Cercon, TZ-B2_YZ-2000 ve TZ-B2_Zirkonzahn bloklarından hazırlanan numunelerin sinterlenme eğrileri verilmiştir.



Şekil 8.39. Presleme basıncının zirkonya desteğin sinterlenmesine olan etkisi

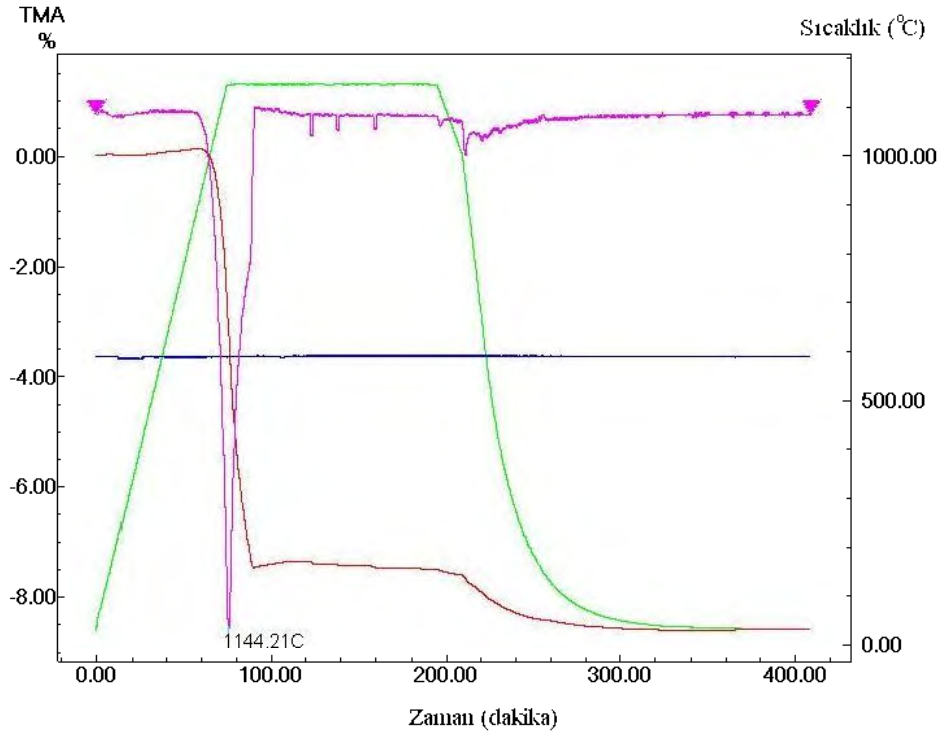
Her analiz ilgili firmanın kullanılan pişirim rejimine göre gerçekleştirilmiştir. Ticari numunelerin sinterlenme eğrileri karşılaştırıldığında YZ-2000 ve Zirkonzahn için sinterlenmenin en hızlı gerçekleştiği sıcaklıklar sırasıyla 1325 °C ve 1334 °C iken Cercon'da bu değer 1144 °C'dir. Bu durum Cercon desteğinin 1350 °C'de pişirilirken diğer ticari desteklerin 1500 ve 1530 °C'de pişiriliyor olmasını açıklamaktadır. Hatırlanacağı üzere Cercon bloğunun tane boyutunun diğerlerinden çok küçük olması (Şekil 8.22) ürünün bu sıcaklıkta sinterlenebilmesinin en önemli sebeplerden biridir.

TZ-B1_Cercon kodlu numunenin analiz sonucuyla en hızlı sinterlenmenin Cercon'la benzer biçimde 1167 °C'de meydana geldiği saptanmıştır. Dolayısıyla, SEM analiziyle belirlenen iki ürünün mikro yapısındaki benzerliğin (Şekil 8.24-8.29), sinterlenme karakterlerinin hemen hemen aynı olmasından kaynaklandığı anlaşılmaktadır.

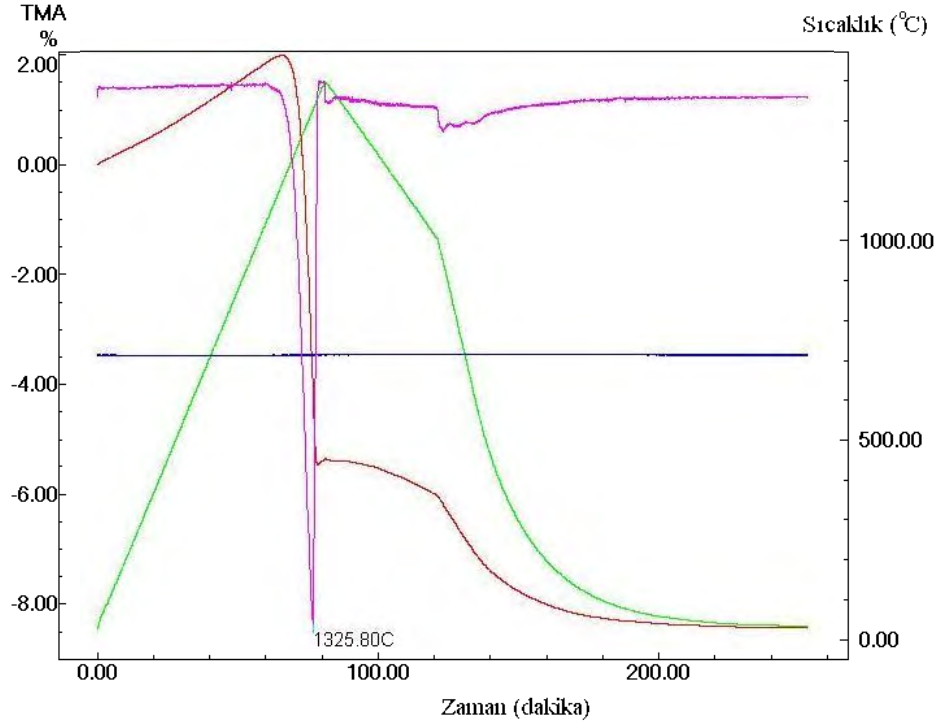
TZ-B2_YZ-2000'e ait eğri incelendiğinde, (Şekil 8.44) bu numunenin 1332 °C'de en hızlı şekilde sinterlendiği anlaşılmaktadır. YZ-2000'de bu değer 1325 °C olması sinterlenmenin benzer şekilde gerçekleştiğine işaret etmektedir. Her iki desteğin mikro yapısı da (Şekil 8.25 ve 8.32) bunu doğrulamaktadır. Zirkonzahn'da maksimum sinterleme hızına 1334 °C'de ulaşıyor olması ilk

etapta her üç malzemenin ortak bir sinterlenme davranışı sergilediği izlenimi uyandırmaktadır. Ancak, pişirimlerin 12 °C ve 17 °C'lik hızlar ile yapıldığı ve TZ-B2_Zirkonzahn'dan elde edilen eğri gözden geçirildiğinde söz konusu farkın ürünün sinterlenmesindeki etkisi ortaya çıkmaktadır. TZ-B2_Zirkonzahn en hızlı 1300 °C'de sinterlenmektedir. Tüm parametreler eşitlendiğinde Zirkonzahn ile arasındaki 34 °C'lik farkın başlangıç tozlarının özelliklerinin farklılığına bir işarettir. Bu durumun mikro yapılara etkisi gayet açıktır (Şekil 8.26 ve 8.34). TZ-B2_Zirkonzahn'ın yoğunlaşması daha önce tamamlandığı için tane büyümesi sonucu Zirkonzahn'a kıyasla daha iri tanelerden meydana gelen bir mikro yapı ortaya çıkmaktadır.

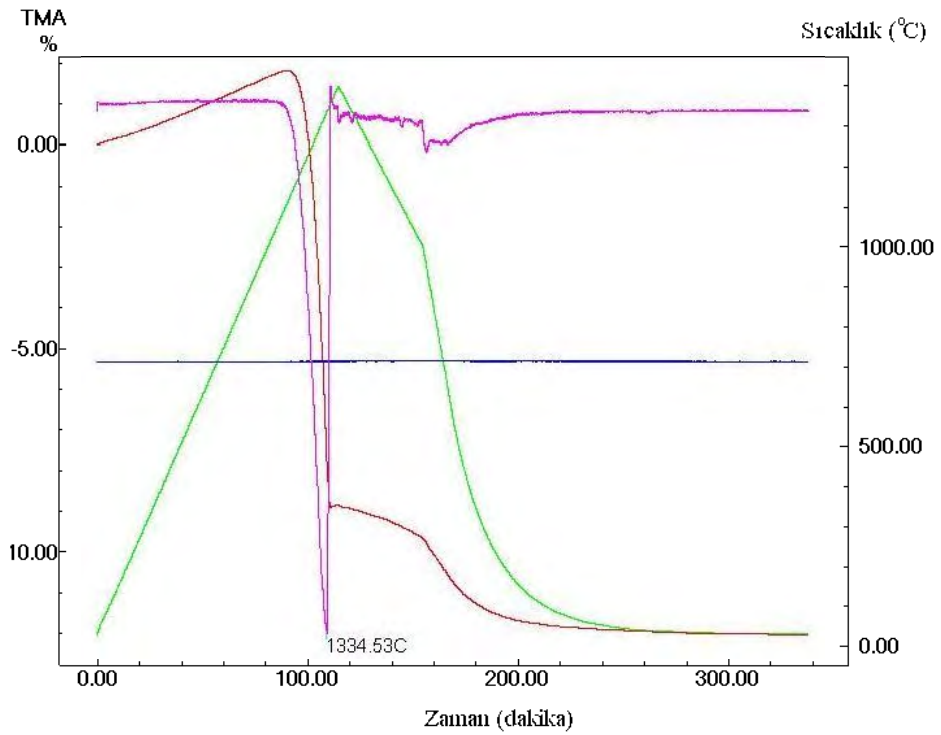
Sonuç olarak, firmaların belirlediği 1500 ve 1530 °C yerine daha düşük sıcaklıklarda da ürün pişirimlerinin mümkün olduğu, böylece, daha küçük tane boyutu ve dolayısıyla, daha yüksek mekanik özelliklere sahip desteklerin üretiminin gerçekleştirilebileceği sinterlenme eğrileri incelendiğinde net bir şekilde görülmektedir. Bu açıdan pişirim sıcaklığı, hızı ve süresi ile ilgili detaylı bir çalışmanın yapılması uygun olacaktır.



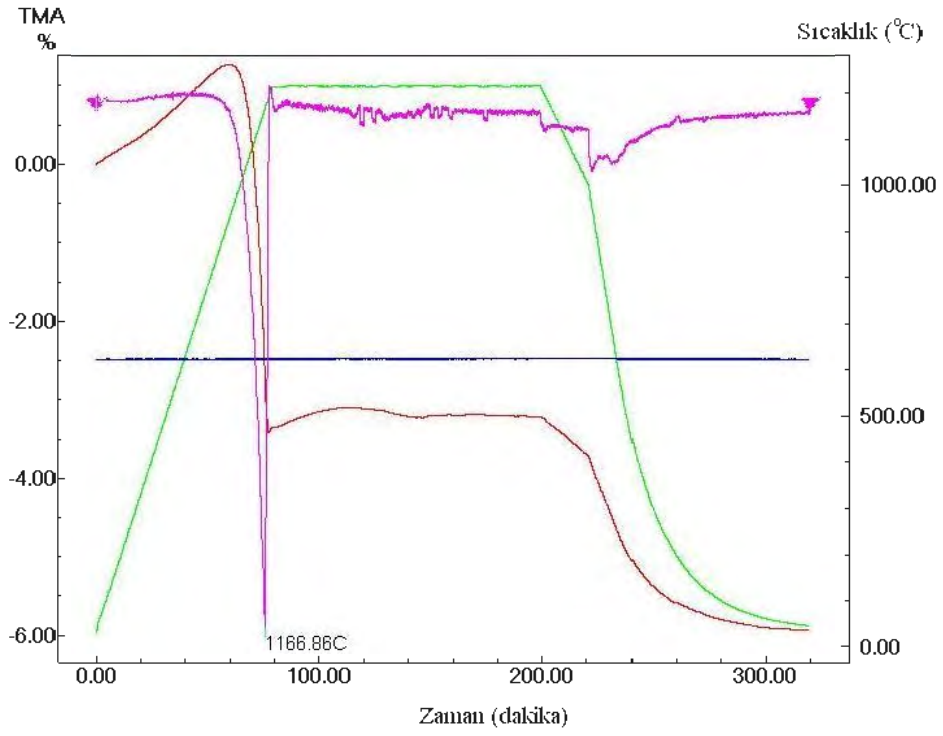
Şekil 8.40. Cercon'dan hazırlanan numunenin sinterlenme eğrisi



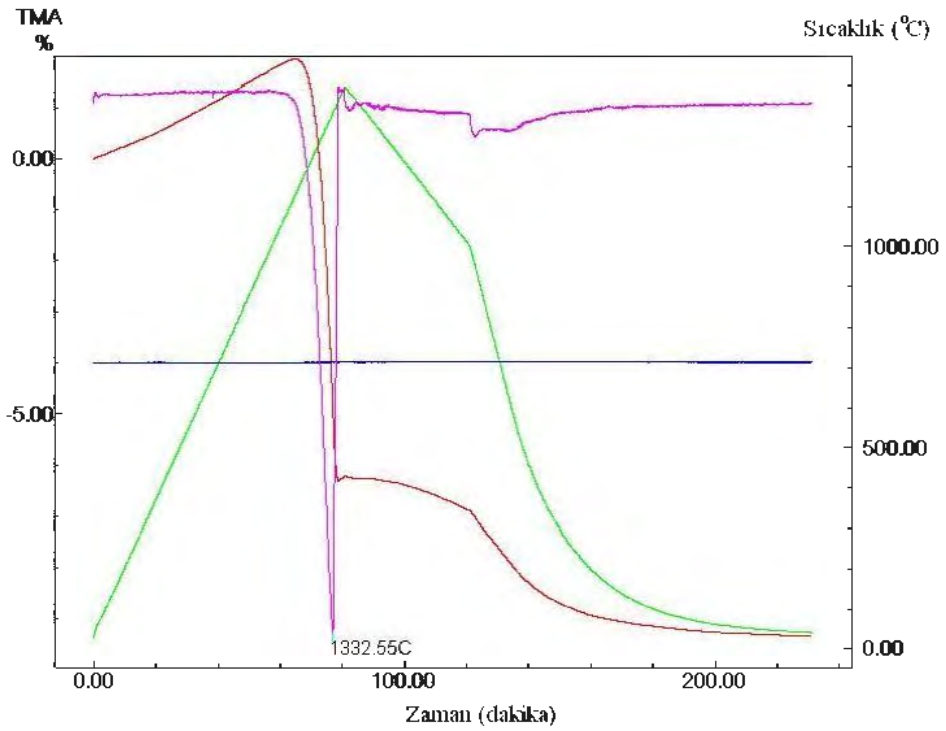
Şekil 8.41. YZ-2000'den hazırlanan numunenin sinterlenme eğrisi



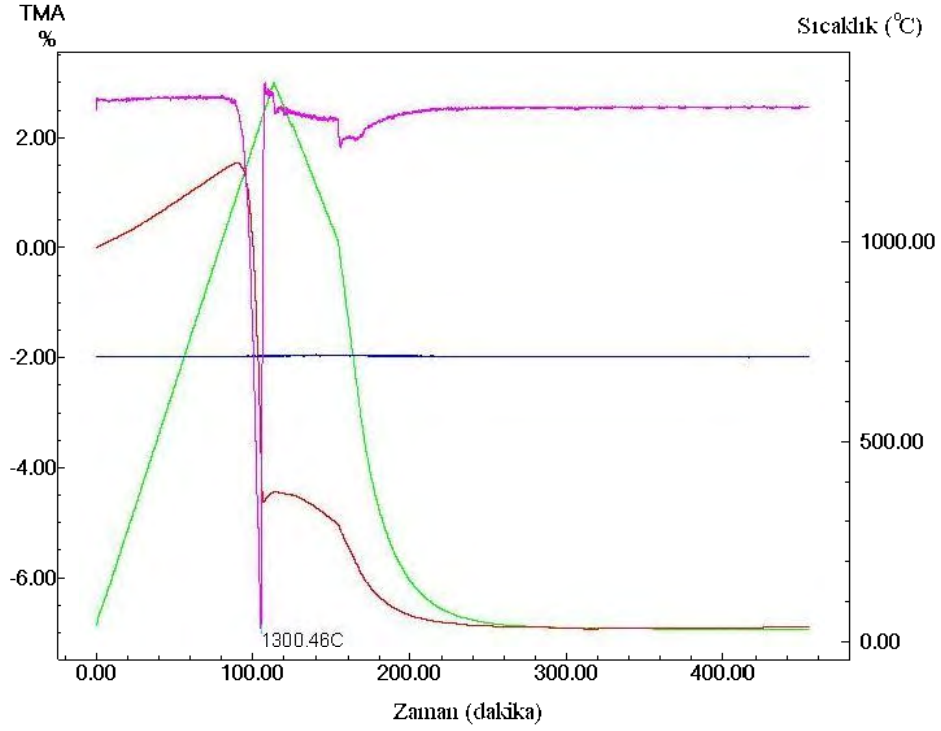
Şekil 8.42. Zirkozahn'dan hazırlanan numunenin sinterlenme eğrisi



Şekil 8.43. TZ-B1_Cercon'dan hazırlanan numunenin sinterlenme eğrisi



Şekil 8.44. TZ-B2_YZ-2000'den hazırlanan numunenin sinterlenme eğrisi



Şekil 8.45. TZ-B2_Zirkonzahn'dan hazırlanan numunenin sinterlenme eğrisi

8.3.4. Yoğunluk sonuçları

Sinterlenmiş zirkonyalara ait yoğunluk sonuçları Çizelge 8.3'de sunulmuştur. Ticari örnekler ve üretilen zirkonya numunelerin sinterlenme sonrasında TZ-B2_Cercon haricinde istenilen yoğunluğa ($6,05 \text{ g/cm}^3$) ulaştıkları görülmektedir.

Elde edilen yoğunluk sonuçları SEM görüntüleriyle de örtüşmektedir. Örneğin, TZ-B2_Cercon numunesinin mikroyapı görüntüsünde sinterlemenin tam anlamıyla gerçekleşmediği görülmekte iken yoğunluk analizi sonucu da ($5,96 \text{ g/cm}^3$) bu durumu teyit etmektedir.

Çizelge 8.6. Sinterlenmiş zirkonya desteklerin yoğunluk değerleri

Blok Kodu	Şekillendirme Basıncı (MPa)	Yoğunluk (g/cm ³)	Standart Sapma
Vita YZ-2000	*	6.05	0,01
TZ-B1_Vita	200	6.05	0,02
TZ-B2_Vita	200	6.05	0,01
Zirkonzahn	*	6.05	0,01
TZ-B1_Zirkonzahn	200	6.05	0,01
TZ-B2_Zirkonzahn	200	6.05	0,01
Cercon	*	6.05	0,01
TZ-B1_Cercon	100	6.05	0,01
TZ-B2_Cercon	100	5,96	0,03

*: Değerler ticari firmalar tarafından ayarlanmıştır.

8.3.5. Eğme testi sonuçları

Ticari ürünlerin eğme testi sonuçları karşılaştırıldığında en yüksek değer Zirkonzahn ile elde edildiği görülmektedir (1106 MPa). En düşük değer ise 923 MPa ile Cercon Firması'na aittir. Chen ve ark.. [64] çalışmalarında Cercon desteğinin 910 MPa'lık eğme dayanımı sergilediğini ifade etmişlerdir. Yılmaz ve ark. [58] söz konusu desteğin eğme dayanımının 1140 MPa, Erdelt ve ark. [224] ise 1230 MPa olduğunu belirtmektedir. İlgili firma ise ürün kataloglarında dayanımın 900 MPa ve üzerinde olduğunu bildirmektedir. Çalışmada ulaşılan sonuç Chen ve ark ve firma katalogunda belirtilen değer ile uyumludur.

Farsi ve ark. [190] YZ-2000 ile ilgili çalışmalarında ürünün 978 MPa, Ishgi ve ark. 812 MPa [225], Filser vd. [13] ise 1107 MPa'lık bir dayanıma sahip olduğunu açıklamıştır. Ürün katalogunda değer 1000 MPa olarak verilmiştir. Mevcut araştırmayla elde edilen sonuç Farsi ve ark. ve firma verileriyle tutarlı gözükmemektedir.

Hjerpe ve ark. [226] Zirkonzahn destek üzerine gerçekleştirdikleri çalışmada ürünün 1132 MPa eğme dayanımı sergilediğini saptamışlardır. Firma broşürlerinde dayanımın 1200 MPa olduğu duyurulmaktadır.

TZ-B1 ve TZ-B2 bloklarından hazırlanan desteklerin eğme dayanımlarına bakıldığında en yüksek değere (1060 MPa) TZ-B2_Zirkonzahn ürünüyle ulaşılmıştır. Sonucun ticari üründen nispeten daha düşük olmasının “Bölüm 8.3.1” de detayları açıklanan mikro yapılar arasındaki farklılıktan ileri geldiği düşünülmektedir. TZ-B2_YZ-2000 desteğinden elde edilen değer (1018 MPa) YZ-2000 ile (1021 MPa), TZ-B1_Cercon ile ulaşılan değer (923 MPa) ise Cercon ile (923 MPa) hemen hemen aynıdır. Sinterlenme eğrileri (Şekil 8.40 ve 8.43, 8.39 ve 8.42) ve mikro yapı görüntülerindeki (Şekil 8.25 ve 8.32, 8.24 ve 8.29) benzerlik elde edilen eğme değerlerini açıklar niteliktedir. TZ-B2_Cercon desteğinin eğme dayanımının düşük olması ürünün tam olarak sinterlenmemesinden kaynaklanmaktadır. Yoğunluk sonuçları ve mikro yapı görüntülerinde bu durum açıkça görülmektedir.

Çizelge 8.7. Sinterlenmiş zirkonya desteklerin eğme testi sonuçları

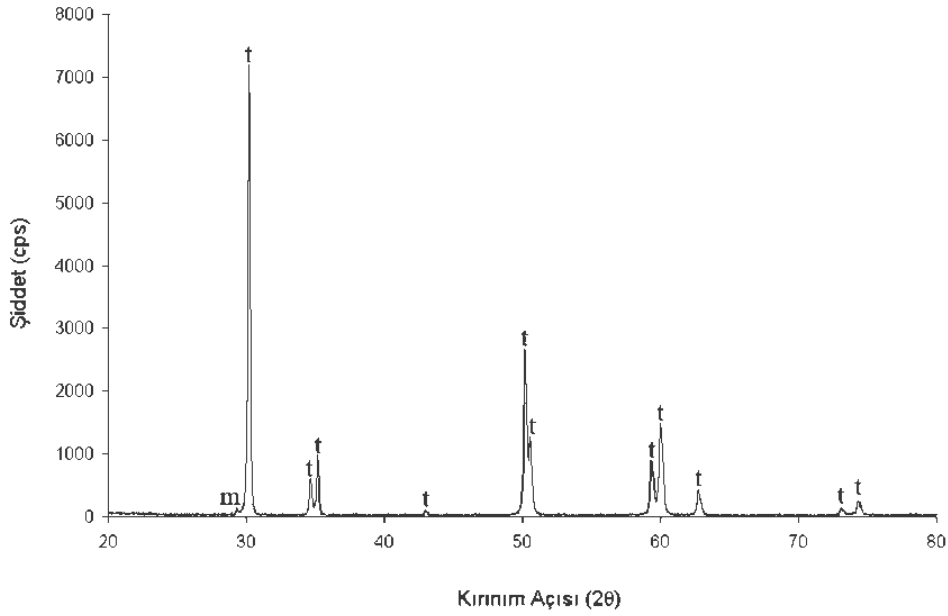
Blok Kodu	Şekillendirme Basıncı (MPa)	Eğme Mukavemeti (MPa)	Standart Sapma
Vita YZ-2000	*	1021	95
TZ-B1_Vita	200	958	72
TZ-B2_Vita	200	1017	86
Zirkonzahn	*	1106	102
TZ-B1_Zirkonzahn	200	981	65
TZ-B2_Zirkonzahn	200	1063	81
Cercon	*	923	93
TZ-B1_Cercon	100	916	45
TZ-B2_Cercon	100	661	132

*: Değerler ticari firmalar tarafından ayarlanmıştır.

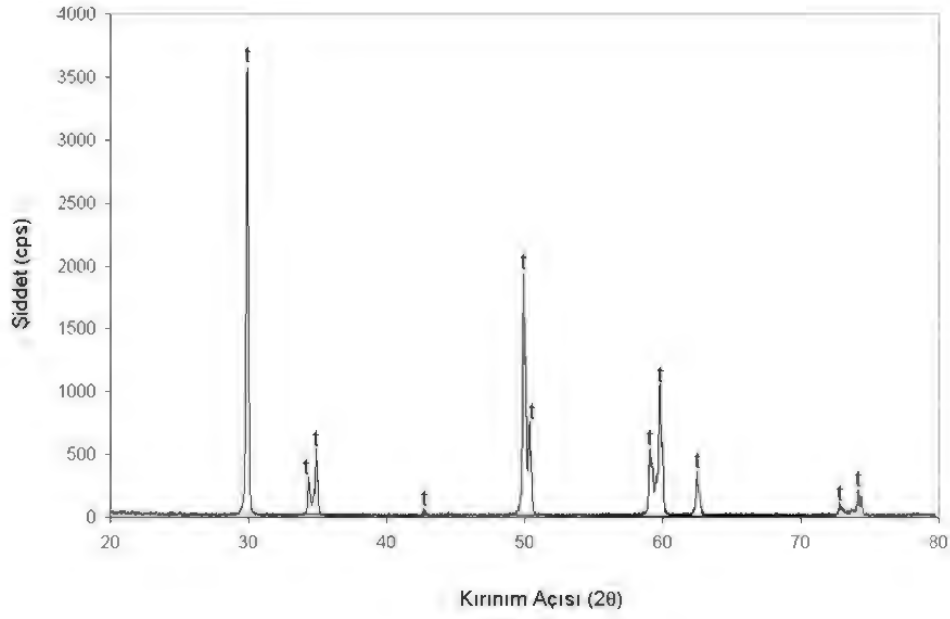
Sonuç olarak üretilen desteklerin tamamı 100 MPa olan “ISO 6872 Dental Ceramics” limit değerinin çok çok üzerindedir. Kırılma dayanımı açısından çalışmada üretilen zirkonya desteklerin metal desteksiz diş porseleni sistemlerinde güvenli bir şekilde kullanılabilecekleri görülmektedir.

8.3.6. XRD analizi sonuçları

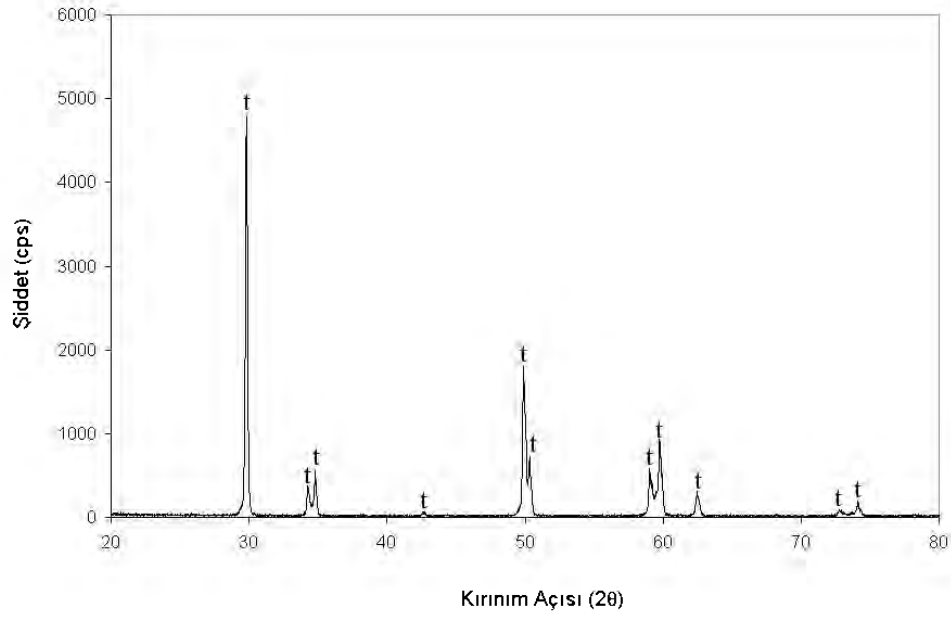
Sinterlenmiş ticari zirkonya desteklerin XRD analizi sonuçları Şekil 8.46-8.48’de verilmiştir.



Şekil 8.46. Sinterlenmiş Cercon desteğinin XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO₂)



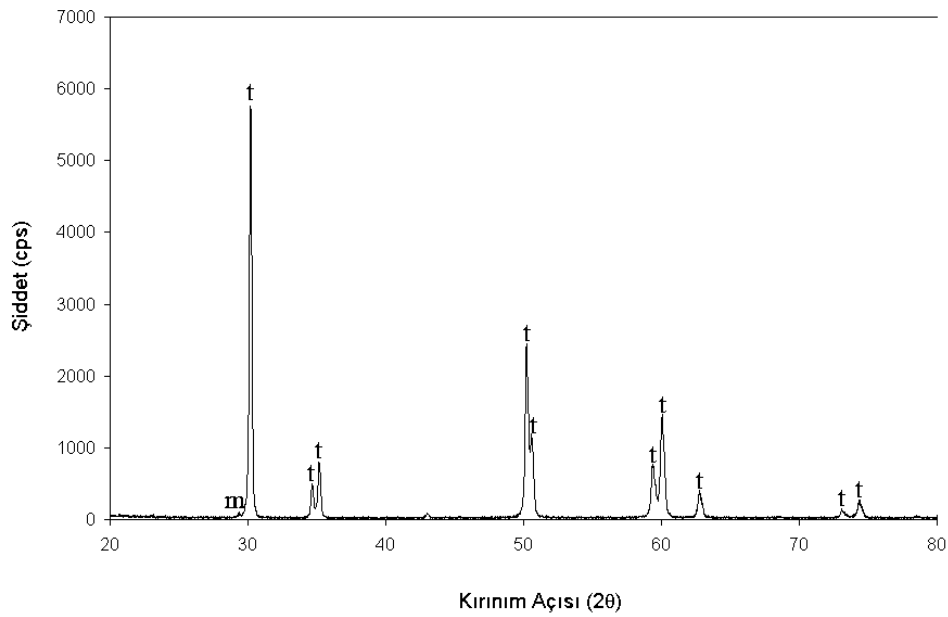
Şekil 8.47. Sinterlenmiş YZ-2000 desteğinin XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2)



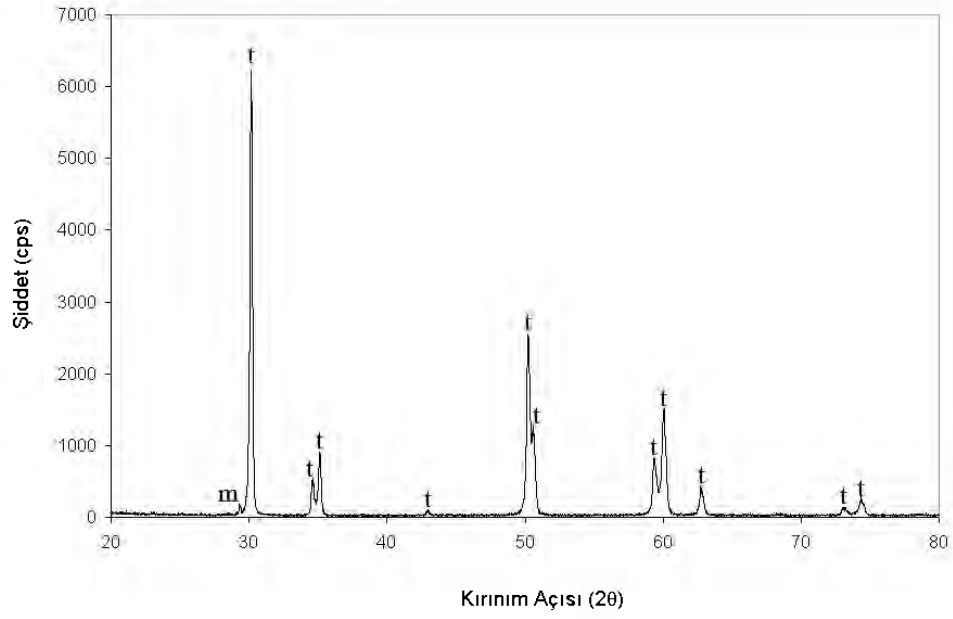
Şekil 8.48. Sinterlenmiş Zirkonzahn desteğinin XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2)

XRD desenlerinden ticari zirkonya desteklerin tetragonal forma zirkonya oldukları sadece Cercon desteğinde çok az da olsa monoklinik fazın mevcut olduğu anlaşılmıştır. Çalışmada üretilen bloklardan işlenerek ticari firmaların fırınlarında sinterlenen desteklere ait XRD analizi sonuçları Şekil 8.49-8.54’de gösterilmiştir. Sonuçlar birlikte değerlendirildiğinde ticari desteklerin olduğu gibi

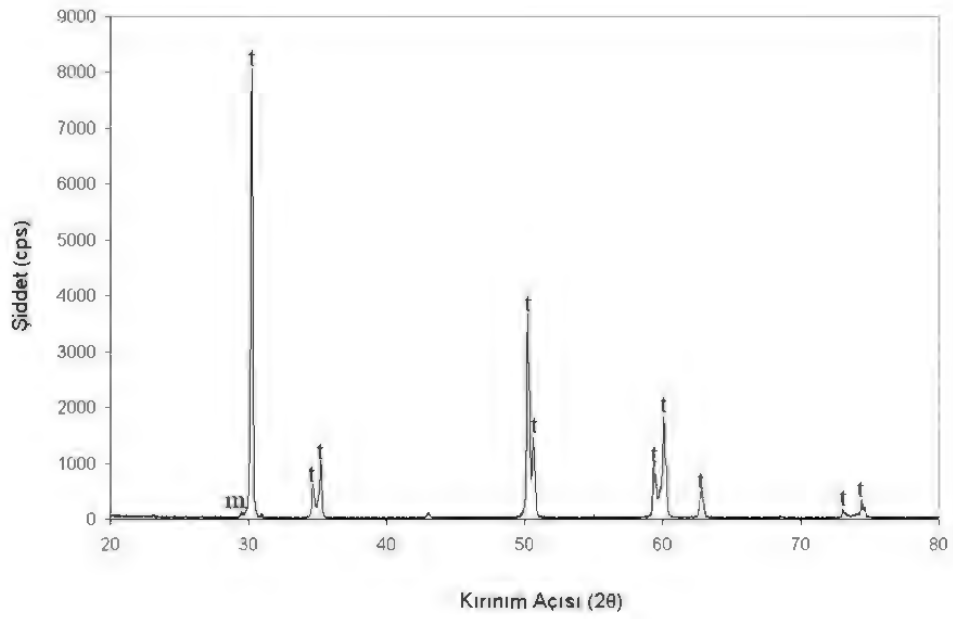
retilen zirkonya desteklerin de tetragonal zirkonya fazına sahip olduęu belirlenmiřtir. Sadece Cercon fırınında sinterlenen rnlerde ve Vita fırınında sinterlenen TZ-B1_YZ-2000 desteęinde monoklinik zirkonya oluřumları gzlenmiřtir. Sinterleme rejimine ve kullanılan tozun karakterine baęlı olarak yzeyde sz konusu dnřmn gerekleřmesi muhtemeldir [136-142]. Yarı kararlı hale getirilmiř zirkonyada monoklinik ve tetragonalin yanı sıra kbik faz oluřumları da gzlenmektedir. Garvie ve ark. [142], Basu ve ark. [227, 228] zirkonyanın XRD desenindeki yaklaşık 73° (2θ)'de yer alan pikin tetragonal ve kbik zirkonya fazları iin ayırıcı olduęunu belirtmiřtir (řekil 8.55). Dolayısıyla, zirkonya desteklerde sz konusu oluřumun mevcudiyetinin arařtırılması iin numunelerin XRD desenlerinde 72,5-75 ° (2θ) arasındaki pikleri incelenmiřtir (řekil 8.56-8.60).



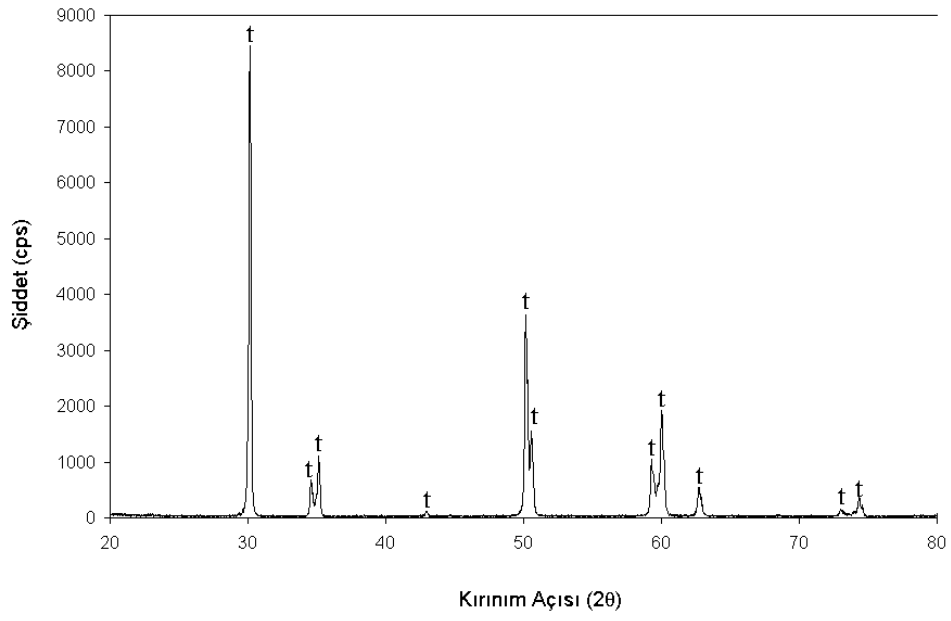
řekil 8.49. Sinterlenmiř TZB1_Cercon desteęinin XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO₂)



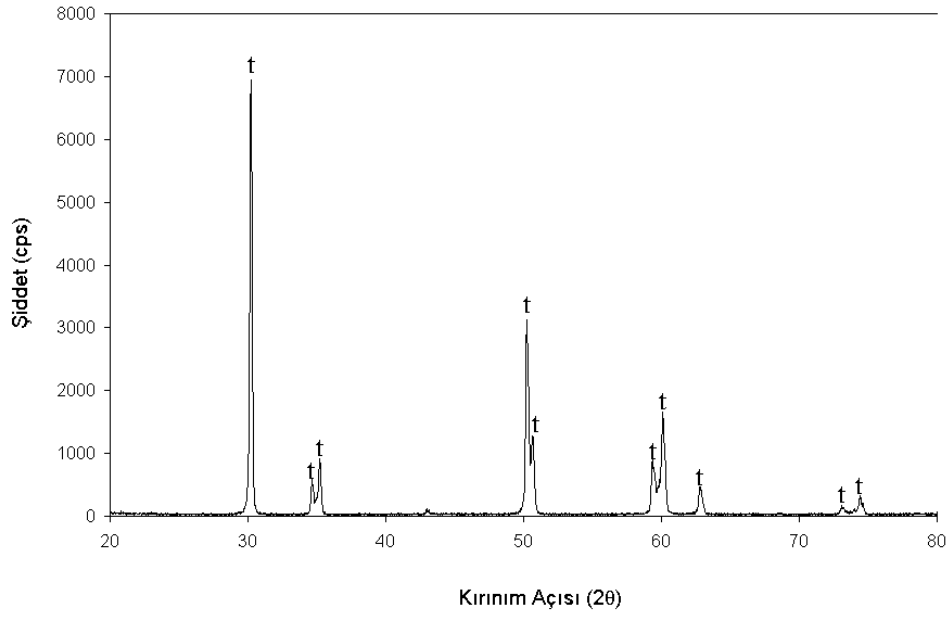
Şekil 8.50. Sinterlenmiş TZB2_Cercon desteğinin XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2)



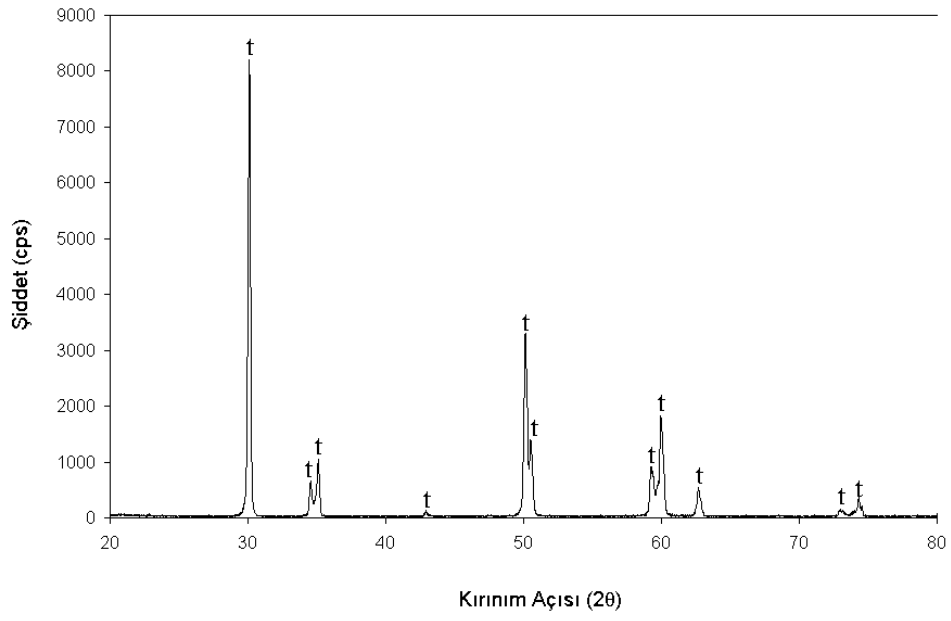
Şekil 8.51. Sinterlenmiş TZB1_YZ-2000 desteğinin XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2)



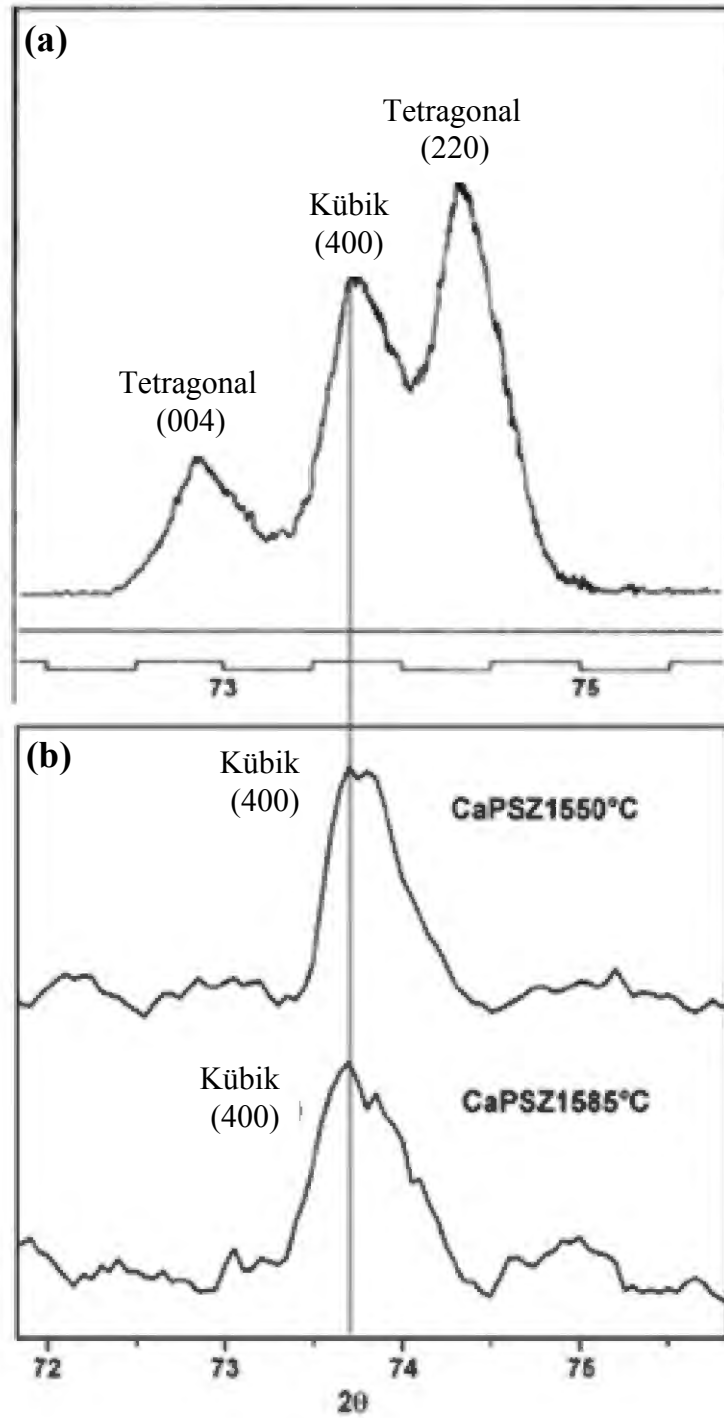
Şekil 8.52. Sinterlenmiş TZB2_YZ-2000 desteğinin XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO₂)



Şekil 8.53. Sinterlenmiş TZB1_Zirkonzahn desteğinin XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO₂)



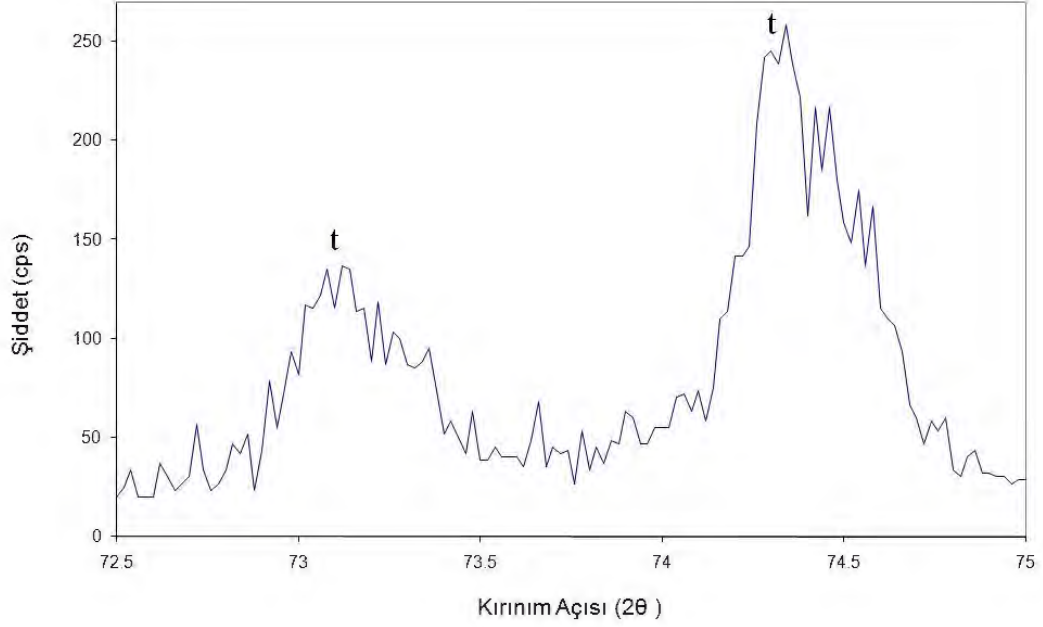
Şekil 8.54. Sinterlenmiş TZB2_Zirkonzahn desteğinin XRD deseni (m: monoklinik, t: tetragonal ZrO_2)



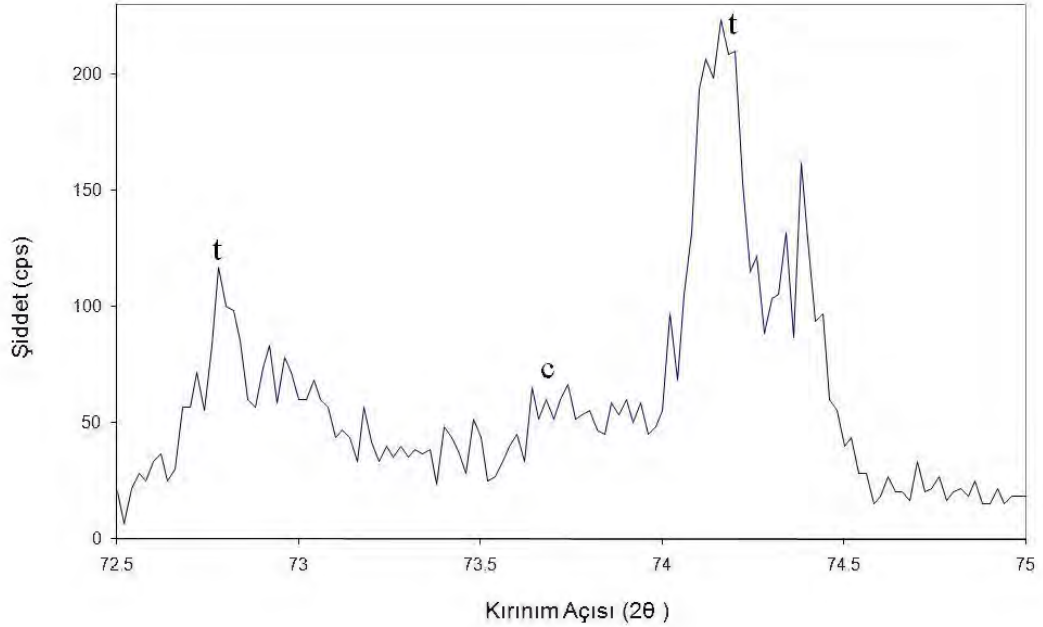
Şekil 8.55. Zirkonyanın 71,83-75,83 (2θ) aralığında elde edilen XRD deseni [142, 227, 228]

Garvie ve ark. [142] tarafından tetragonal ve kübik fazları barındıran zirkonyadaki kübik fazların varlığı XRD analizi ile Şekil 8.55 (a)'da olduğu gibi tespit edilmiştir. Basu ve ark. [227, 228] ise ürettikleri kübik zirkonya içinde tetragonal fazların bulunmadığını aynı şekilde ifade etmişlerdir [Şekil 8.55 (b)].

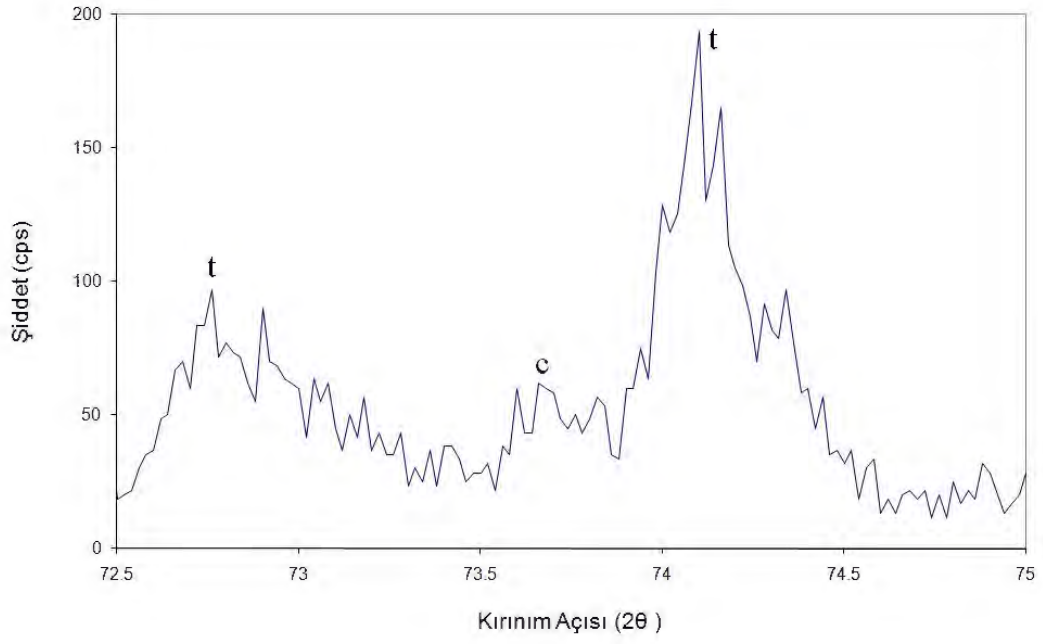
Sinterlenmiş ticari desteklerin ve mevcut çalışmada üretilen zirkonya desteklerin kübik faz içerip içermediği benzer şekilde incelenmiştir.



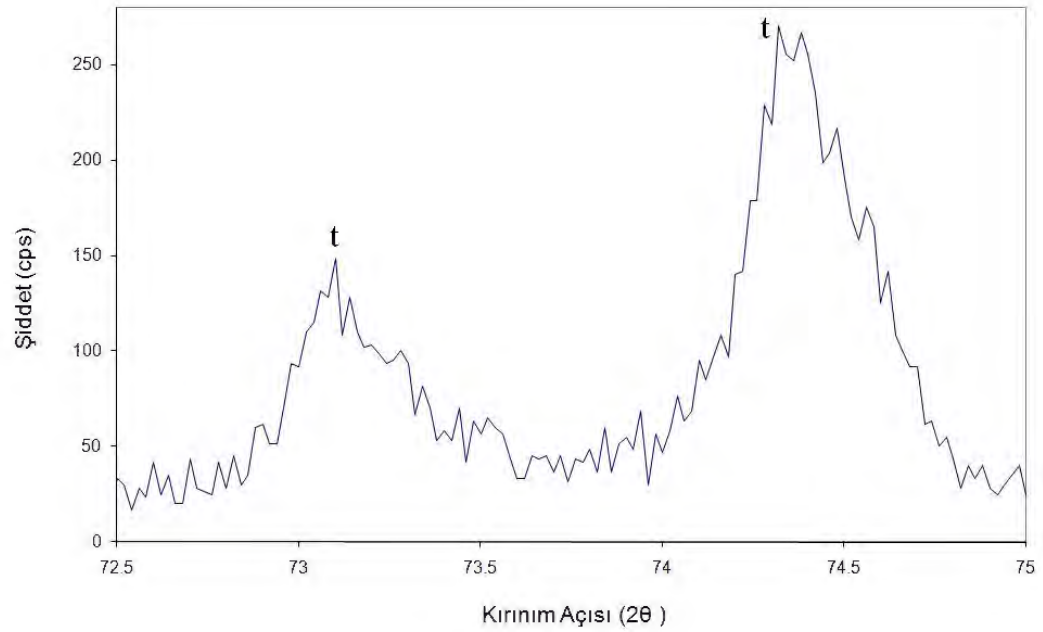
Şekil 8.56. Cercon desteğinden 72,5-75 (2θ) aralığında elde edilen XRD deseni (t: tetragonal ZrO₂)



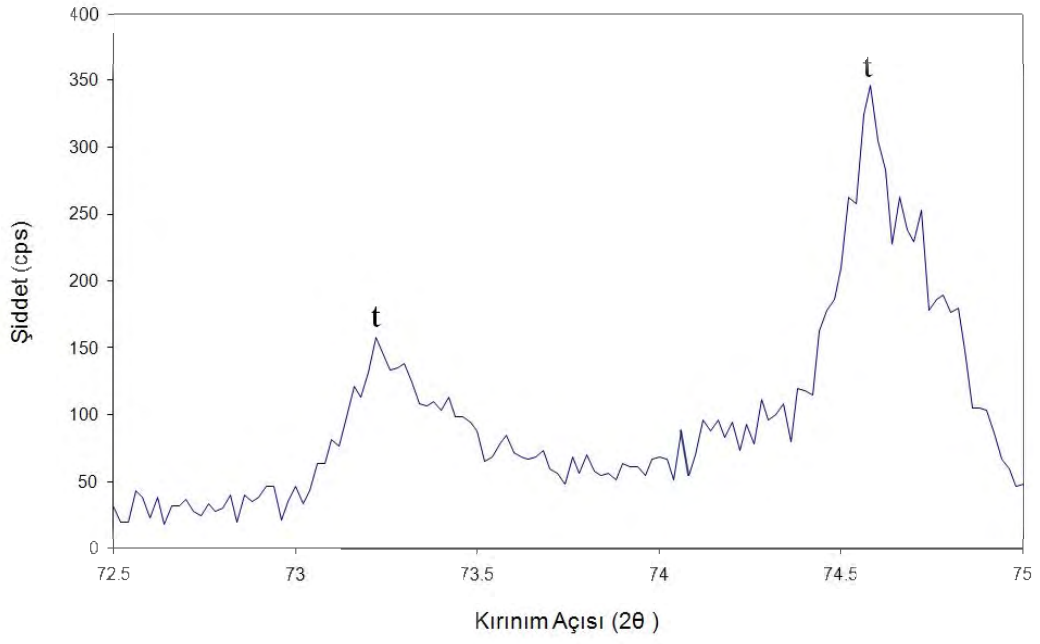
Şekil 8.57. YZ-2000 desteğinden 72,5-75 (2θ) aralığında elde edilen XRD deseni (t: tetragonal ZrO₂, c: kübik)



Şekil 8.58. Zirkonzahn desteğinden 72,5-75 (2θ) aralığında elde edilen XRD deseni
(t: tetragonal ZrO₂, c: kübik)



Şekil 8.59. TZ-B1_Cercon desteğinden 72,5-75 (2θ) aralığında elde edilen XRD deseni
(t: tetragonal ZrO₂)



Şekil 8.60. TZ-B2_Zirkonzahn desteğinden 72,5-75 (2θ) aralığında elde edilen XRD deseni (t: tetragonal ZrO₂)

Zirkonya desteklerin 72,5-75 (2θ) aralığındaki piklerine bakıldığında sadece ticari Zirkonzahn ve YZ-2000 desteğinin az miktarda kübik faz içerdiği, diğer desteklerde ise söz konusu fazın bulunmadığı anlaşılmıştır.

9. DIŞ PORSELENİ İLE İLGİLİ SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR

9.1. Kimyasal Analiz Sonuçları

Vita VM9 ve Noritake CZR tozlarına ait, XRF cihazı ile elde edilen kimyasal analiz sonuçları Çizelge 9.1 ve 9.2’de sunulmuştur. Tozlarda bulunması olası B_2O_3 hesaplamaya dahil edilmemiştir.

Ticari firmaların opak tozları incelendiğinde, her ikisinde de yüksek opaklaştırıcı özelliğe sahip ZrO_2 ’nin kullanıldığı görülmektedir. Vita VM9 opak tozunda ZrO_2 ’nin yanı sıra çok yüksek oranda CeO_2 ve az miktarda SnO_2 ’de opaklaştırıcı bileşen olarak bulunmaktadır. Diş porseleni tabakalarında bu amaçla CeO_2 gerek pişirim sırasında çok az kabarcık oluşumuna sebebiyet vermesi gerekse safsızlıklardan kaynaklanan renklerin giderilmesinde etkin olmasından dolayı kullanılmaktadır [229-231]. Ayrıca, floresans özelliği sayesinde [232] Y_2O_3 ’de sistemde mevcuttur.

Çizelge 9.1. Vita VM9 tozlarının oksit bileşimleri

Oksitler	Opak (EB2)	Dentin (2M2)	İnsizal (ENL)	Sır (Aksent)
Na_2O	4,80	6,23	6,46	6,92
MgO	0,22	0,25	0,25	0,91
Al_2O_3	12,10	15,30	15,30	7,15
SiO_2	51,30	64,35	64,21	71,28
K_2O	7,43	9,48	9,51	4,33
CaO	1,44	1,72	1,74	5,97
ZnO	-	-	-	0,74
TiO_2	-	-	0,22	-
Y_2O_3	4,56	0,12	-	-
ZrO_2	3,75	0,56	0,32	-
SnO_2	0,40	0,33	0,35	1,57
BaO	1,30	1,66	1,64	1,13
CeO_2	12,70	-	-	-

Noritake CZR opak tozunda ise çok az miktarda CeO_2 belirlenmişken SnO_2 'ye rastlanmamış, temel opaklaştırıcı olarak ZrO_2 'nin veya zirkonun (ZrSiO_4) kullanıldığı anlaşılmıştır.

Çizelge 9.2. Noritake CZR tozlarının oksit bileşimleri

Oksitler	Opak (SBA1)	Dentin (A1B)	İnsizal (E2)
Na_2O	6,45	7,97	8,01
MgO	0,47	0,47	0,48
Al_2O_3	10,40	11,90	11,89
SiO_2	66,97	69,84	70,16
K_2O	7,28	7,55	7,65
CaO	0,68	0,77	0,74
ZnO	0,11	-	-
Y_2O_3	-	0,12	0,10
ZrO_2	6,42	0,38	0,12
HfO_2	0,13	-	-
Sb_2O_3	0,58	0,57	0,48
CeO_2	0,51	0,45	0,37

“7. Deneysel Çalışmalar” bölümünde belirtildiği gibi, mevcut çalışmada üretilen opak tozunda ise ZrO_2 , TiO_2 , CeO_2 ve SnO_2 opaklaştırıcı olarak yer almaktadır. Düşük sıcaklıklarda yüksek opaklaştırıcı özelliği bulunan SnO_2 opaklığın yanı sıra ince tane boyutundan dolayı ürüne kremi bir görünüm kazandırmaktadır. Diş teknisyenleri tarafından yapılan denemeler sonucu kalay oksit (SnO_2) ile hazırlanan opak tabakaların daha kolay uygulanabildiği tespit edilmiş ve SnO_2 temel opaklaştırıcı oksit olarak tercih edilmiştir. Ayrıca, ticari tozlarda bulunmayan TiO_2 , çalışmada hazırlanan opak tabakasında değerlendirilmiş ve yüksek kırınım indisi sayesinde oldukça tatminkâr bir opaklık sağlamıştır. P.L33 opak tozunda opaklaştırıcı olarak SnO_2 , ZrO_2 ve TiO_2 kullanıldığında beyaz renk elde edilirken, P.L34’de TiO_2 yerine, opaklaştırıcı özelliğinin yanı sıra daha önce belirtilen özelliklere sahip CeO_2 (~ % 5) ile daha

estetik bir opak tabakası elde edilmiş ve kullanılacak opak tozu olarak belirlenmiştir (Z-Opak).

Ticari dentin tozları incelendiğinde, yarı geçirgenlik özelliği için az miktarda ZrO_2 , CeO_2 ve SnO_2 gibi opaklaştırıcıların yapıda yer aldığı görülmektedir. Dentine kıyasla daha şeffaf olması arzu edilen mine tozlarında ise opaklaştırıcı miktarlarının çok düşük olduğu göze çarpmaktadır. Çalışmada D ve E kodlu firitler ile hazırlanan dentin ve mine tozlarında SnO_2 , B firiti ile üretilenlerde ise CeO_2 kullanılmıştır. Diş teknisyenlerinin yaptıkları denemeler sonucunda CeO_2 ile elde edilen dentin ve mine tabakalarının (Z-Dentin ve Z-Mine) daha estetik görünüm sergiledikleri tespit edilmiştir.

Vita Aksent sıırı düşük sıcaklıklarda (900 °C) olgunlaşabilmesi için yüksek oranda Na_2O ve K_2O gibi oksitler içermekte, ergime sıcaklığını arttıran Al_2O_3 ise oldukça az miktarda bulunmaktadır. Ayrıca, sıırın parlak görünmesi için BaO ve ZnO gibi oksitler bileşimde tercih edilmiştir. İlave olarak, ergime sıcaklığını düşürmede en etkin oksitlerden birisi olan B_2O_3 'ün Vita Aksent sıırı bileşiminde yüksek oranda bulunması muhtemeldir. Çalışmada üretilen sıır bileşimleri bahsedilen oksitlerin etkileri göz önüne alınarak hazırlanmış ve yapılan denemeler sonucu G11 kodlu sıırın parlaklık ve yüzey düzgünlüğü bakımından en iyi sonucu verdiği tespit edilmiştir (Z-Glaze). Belirtilen bileşimsel düzenlemeler sonucu Z kodlu tozlar ile hazırlanan diş porseleni katmanlarından görsel açıdan en iyi sonucun elde edildiği tespit edilmiştir. Çalışmanın bundan sonraki bölümlerinde üretilen tozlar Z-Opak tozu, Z-Dentin tozu, Z-Mine tozu ve Z-Sıır tozu şeklinde, bu tozların kullanılıp pişirilmesi durumunda oluşan camsı tabakalar (katmanlar) ise Z-Opak tabakası, Z-Dentin tabakası, Z-Mine tabakası, Z-Sıır tabakası olarak bahsedilecektir. Ticari ürünler için de söz konusu sistematik geçerlidir.

9.2. Tane Boyut Analizi Sonuçları

Diş porseleni tozlarının tane boyutu, ürünün özelliklerine olan etkisinin yanı sıra, uygulama esnasında diş teknisyenlerinin tozu kullanma kolaylığı bakımından da oldukça önemlidir. Diş teknisyenleri ile yapılan kişisel görüşmeler sonucunda özel bir sıvı ile çamur kıvamına getirilerek kullanılan opak tozlarının

ve pişirimi gerçekleştirilmiş dentin tabakası üzerine çok ince sürülen sır tozlarının tane boyutunun olabildiğince küçük, dentin ve mine tozlarının ise fırça ile verilen şekli muhafaza ederek sivri hatlarda rahat çalışmayı sağlayacak kadar büyük tane boyutuna sahip olmasını arzu etmektedir. Diş porseleni tozlarına ait tane boyutu değerleri Çizelge 9.3’de, tane boyutu dağılım eğrileri ise Şekil 9.1-9.12’de verilmiştir.

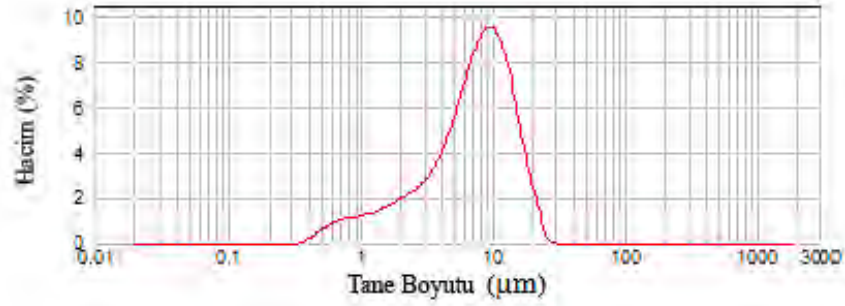
Çizelge 9.3. Porselen tozlarının tane boyut dağılımı çizelgesi

Numune adı	d10 (μm)	d50 (μm)	d90 (μm)
Vita VM9 Opak	1,639	7,454	15,170
Vita VM9 Dentin	3,086	22,622	64,841
Vita VM9 Enamel	3,082	24,083	69,292
Vita Aksent Glaze	2,208	8,550	19,347
Noritake CZR Opak	1,435	6,400	33,965
Noritake CZR Dentin	6,206	33,226	83,004
Noritake CZR Enamel	5,689	30,595	77,561
Noritake CZR Glaze	1,652	5,725	12,834
Z-Opak	1,154	6,203	23,654
Z-Dentin	3,341	25,583	72,638
Z-Mine	3,190	25,852	70,860
Z-Sır	1,636	7,666	18,809

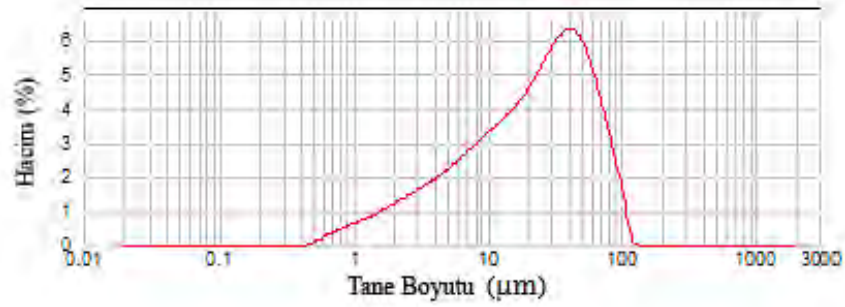
Ticari porselen tozlarının tane boyutu değerleri incelendiğinde, firmaların ilgili parametreyi diş teknisyenlerinin beklentilerine göre ayarladıkları görülmektedir. Opak ve sır tozlarının tane boyutları oldukça küçük iken ($1,5 \mu\text{m} - 35 \mu\text{m}$), dentin ve mine tozlarınınki ($3 \mu\text{m} - 85 \mu\text{m}$) daha büyüktür. Üretilen porselen tozları söz konusu veriler dikkate alınarak öğütülmüş ve tane boyutları istenilen değerlere getirilmiştir.

Tozlara ait tane boyutu dağılım grafikleri özellikle opak tozlarında aglomere (topak) veya farklı tane boyutuna sahip ilavelerden kaynaklanan iki tepeli tane boyut dağılımı sergilemektedir. Farklı ve yüksek miktarda kullanılan

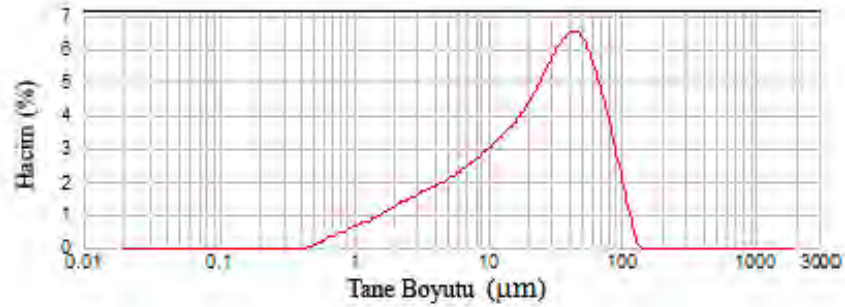
opaklaştırıcı oksitler düşünüldüğünde söz konusu eğri beklenen bir sonuçtur. Noritake Firması'nın dentin ve mine tozlarında da ışık geçirgenliğini ayarlama da kullanılan opaklaştırıcı oksitlerden kaynaklanan benzer bir durum söz konusudur. Sır tozları ise ikinci bir katkı faz içermedikleri için tek tepeli tane boyut eğrisine sahiptir.



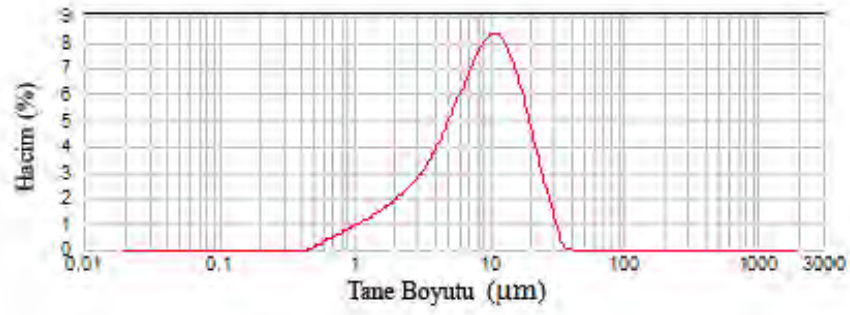
Şekil 9.1. Vita VM9 opak tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi



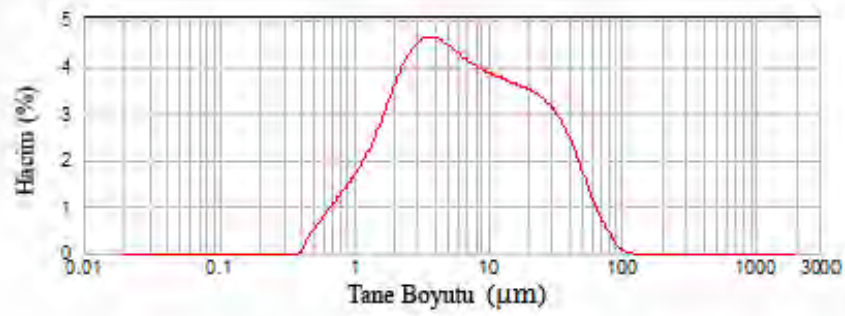
Şekil 9.2. Vita VM9 dentin tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi



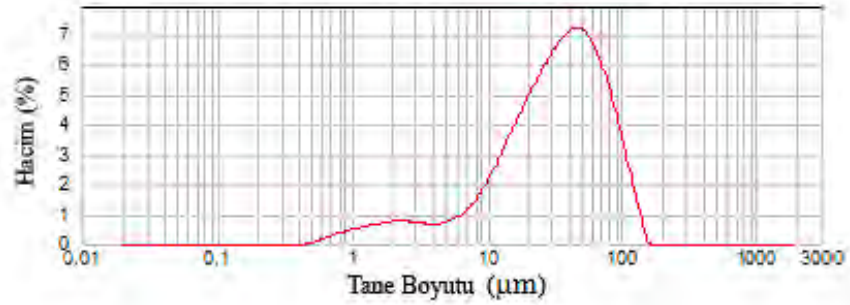
Şekil 9.3. Vita VM9 mine tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi



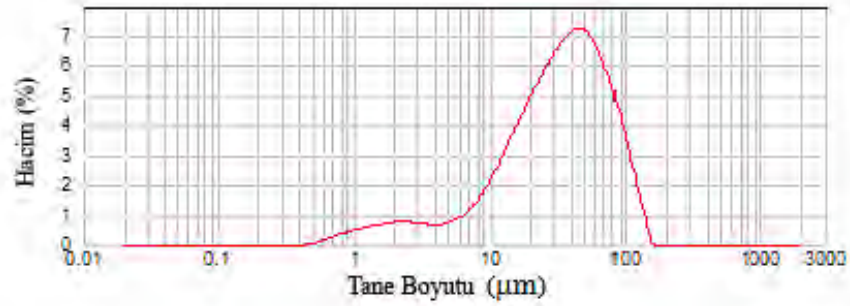
Şekil 9.4. Vita Aksent sır tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi



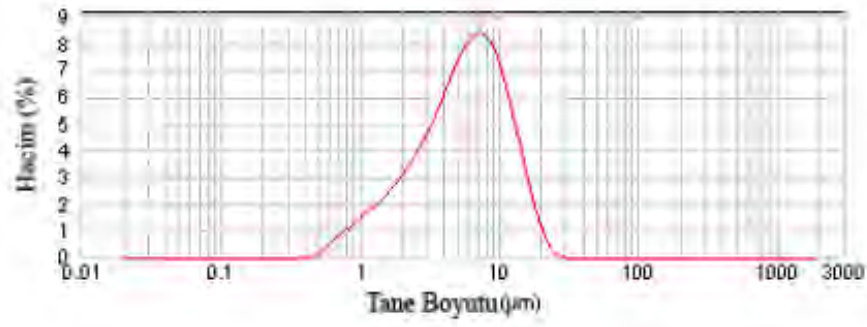
Şekil 9.5. Noritake CZR opak tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi



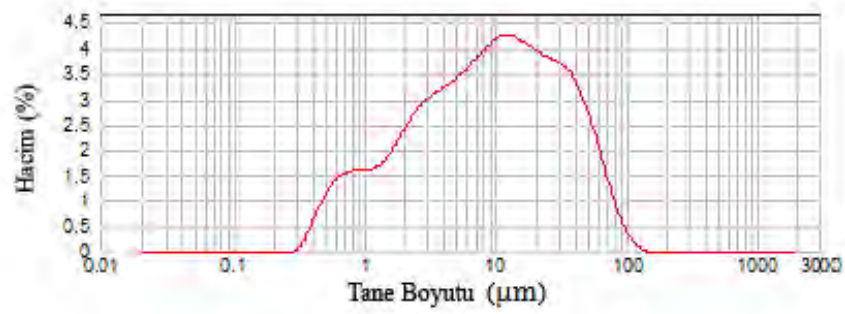
Şekil 9.6. Noritake CZR dentin tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi



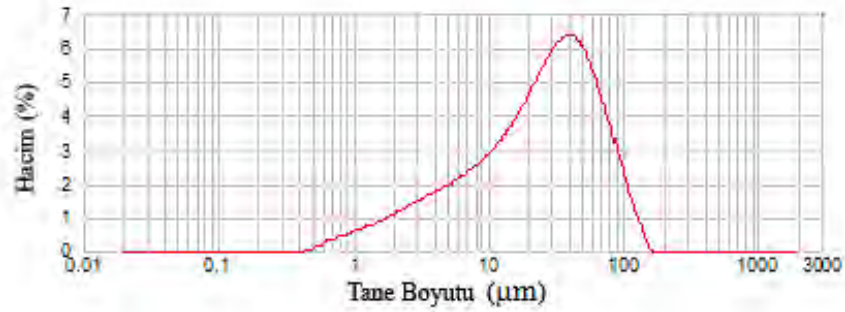
Şekil 9.7. Noritake CZR mine tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi



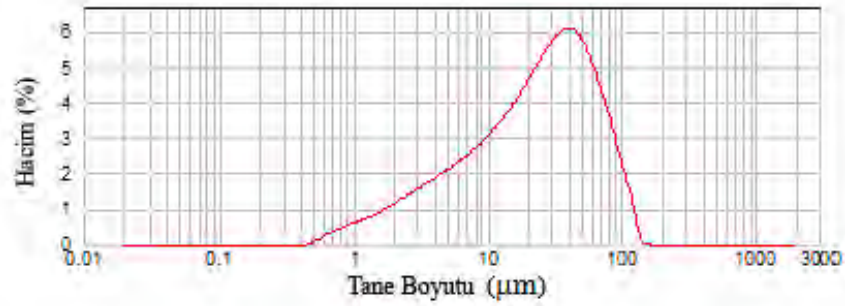
Şekil 9.8. Noritake CZR sır tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi



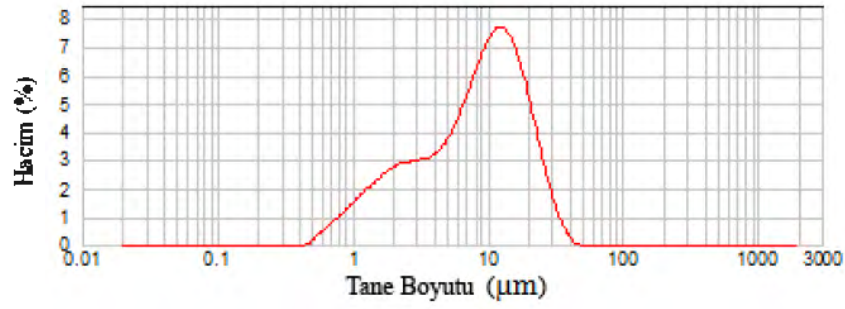
Şekil 9.9. Z-opak tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi



Şekil 9.10. Z-Dentin tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi



Şekil 9.11. Z-Mine tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi

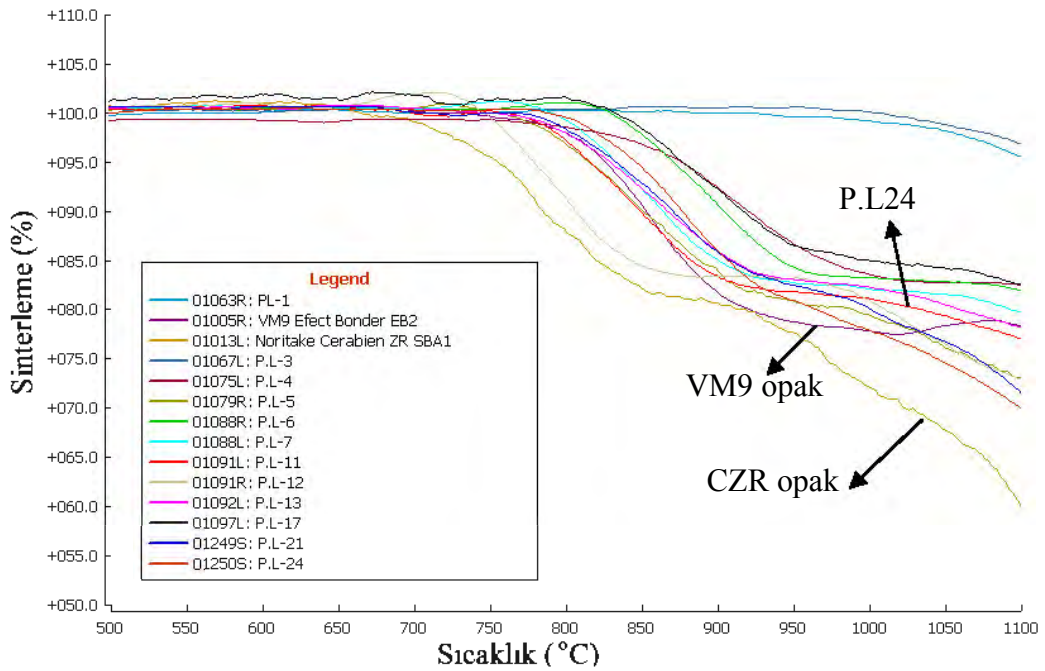


Şekil 9.12. Z-Sır tozuna ait tane boyut dağılımı eğrisi

9.3. Isı Mikroskobu Analizi Sonuçları

Ticari tozlara ve üretilen bazı opak tozlarına ait sinterlenme eğrileri Şekil 9.13'de, spesifik ergime noktaları ise Çizelge 9.4'de sunulmuştur.

CZR opak porselen tozunun diğerlerinden daha erken sinterlenmeye başladığı ve sinterlenmenin hızlı bir biçimde gerçekleştiği görülmektedir. Firmalar tarafından tavsiye edilen pişirim sıcaklıkları karşılaştırıldığında (Çizelge 7.19-7.20) Vita Firması'na ait VM9 opak porseleninin pişirimi 980 °C'de, Noritake CZR opak porselenin ise 930 °C'de gerçekleştirilmektedir. Sıcaklık değerlerindeki bu 50 °C'lik fark diş porselenleri için çok yüksek bir değerdir.



Şekil 9.13. Ticari tozlara ve üretilen bazı opak tozlarına ait sinterleme eğrileri

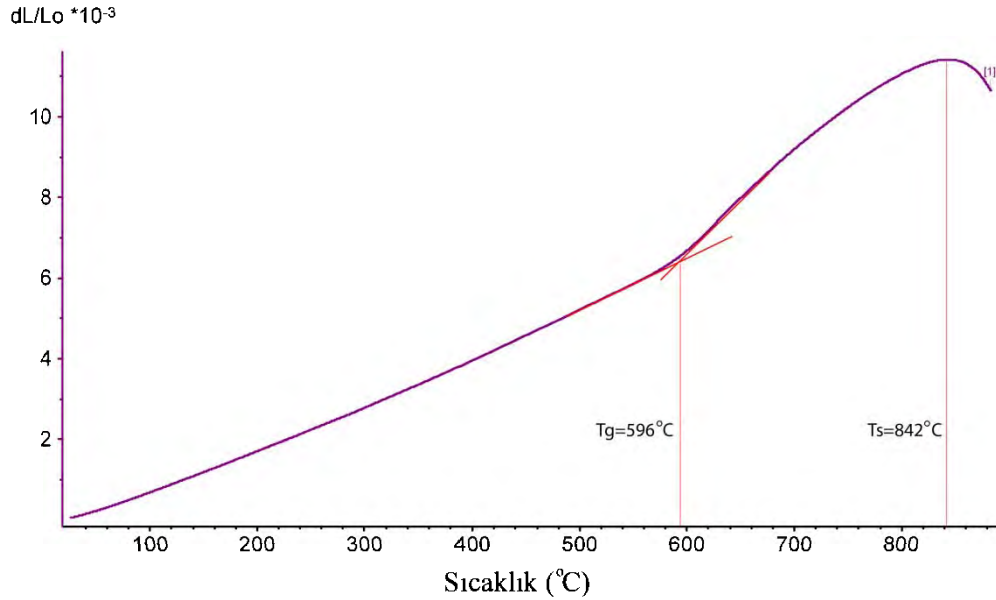
Çizelge 9.4. Vita VM9, Noritake CZR ve P.L24 opak porselen tozlarının ergime davranışları

Ergime Noktaları	Vita VM9 Opak	Noritake CZR Opak	P.L24 Opak
	Sıcaklık (°C)		
Sinterlenme	826	748	846
Yumuşama	1024	992	1004
Küre	1148	1108	*
Yarım Küre	*	*	1206
Akma	**	**	1282

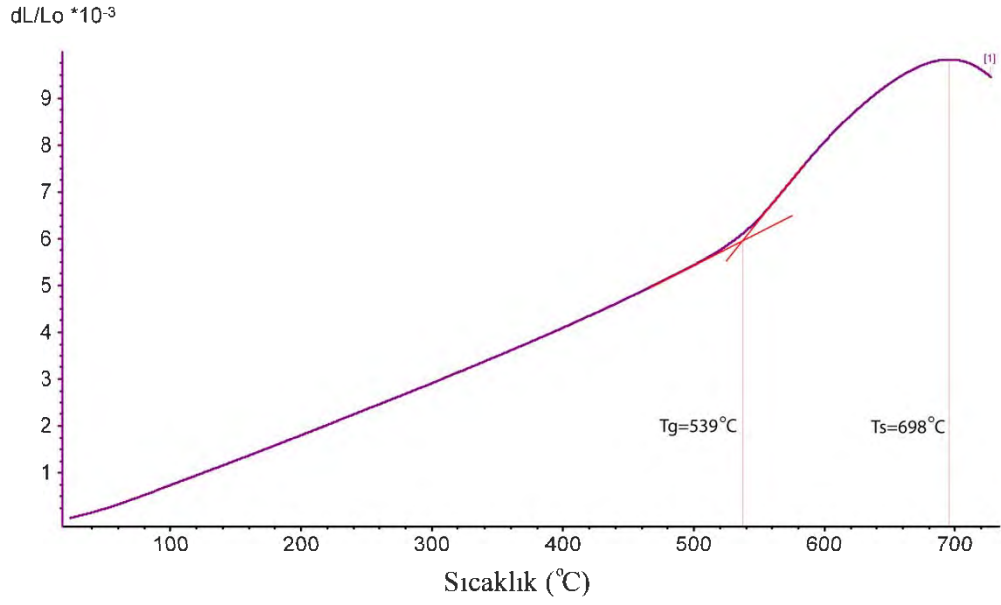
*: Cihaz tarafından belirlenememiştir.

** : Analizin gerçekleştirildiği 1300 °C’den daha yüksek bir değere sahiptir.

Vita VM9 opak ve P.L24 kısmen benzer bir eğilim göstermekte ve 980 °C’de pişirilmektedirler. P.L24 ve buna alternatif olarak üretilen ve daha düşük sıcaklıkta sinterlenebilme özelliğine sahip P.L34 (Z-Opak) kodlu opak porselene ait dilatometre eğrileri Şekil 9.14 ve 9.15’de verilmiştir.



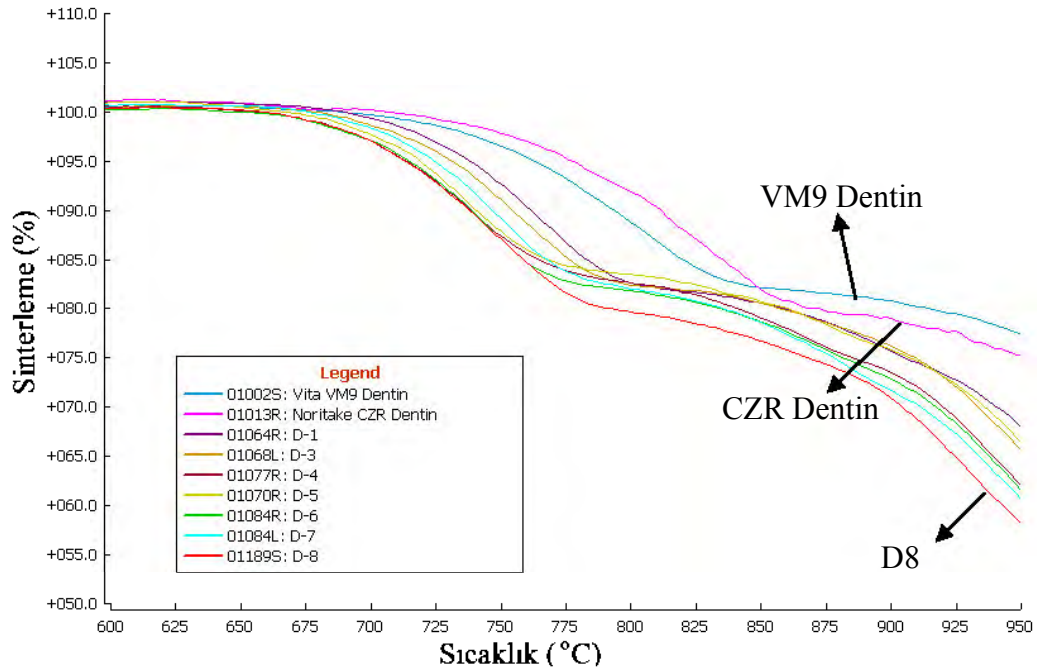
Şekil 9.14. P.L24 opak tabakasının dilatometre eğrisi



Şekil 9.15. P.L34 opak tabakasının dilatometre eğrisi

P.L24 opak tabakasının cam geçiş ve yumuşama sıcaklıkları sırasıyla 596 ve 842 °C iken bileşiminde yapılan düzenlemeler sonucu üretilen P.L34 tabakasında bu değerler sırasıyla 539 ve 698 °C olarak tespit edilmiştir. Sonuç olarak opak tabakasının pişirim sıcaklığını düşürmek amacıyla gerçekleştirilen iyileştirmenin hedefine ulaştığı dilatometre eğrilerinden açıkça görülmektedir. Yapılan denemeler ve dış teknisyenlerinin gözlemleri sonucu çalışmada üretilen opak tozları içinde en iyi sonucu Z-Opak kodlu ürünün verdiği tespit edilmiş ve optimum pişirim sıcaklığı 910 °C olarak belirlenmiştir (Çizelge 7.18).

VM9, CZR ve bazı üretilen dentin tozlarının sinterlenme eğrileri ve ergime noktaları karşılaştırıldığında (Şekil 9.16 ve Çizelge 9.5) her iki ticari dentin tozunun benzer bir ergime davranışı sergilediği, hazırlanan D8 tozunun ise daha düşük sıcaklıkta pişirilebilme özelliğine sahip olduğu görülmektedir.



Şekil 9.16. Ticari ve üretilen bazı dentin tozlarının sinterleme eğrileri

Çizelge 9.5. Vita VM9, Noritake CZR ve D8 dentin tozlarının ergime davranışları

Ergime Noktaları	Vita VM9 Dentin	Noritake CZR Dentin	D8
	Sıcaklık (°C)		
Sinterlenme	764	782	742
Yumuşama	956	966	832
Küre	1058	1056	954
Yarım Küre	*	1154	1072
Akma	**	1260	1238

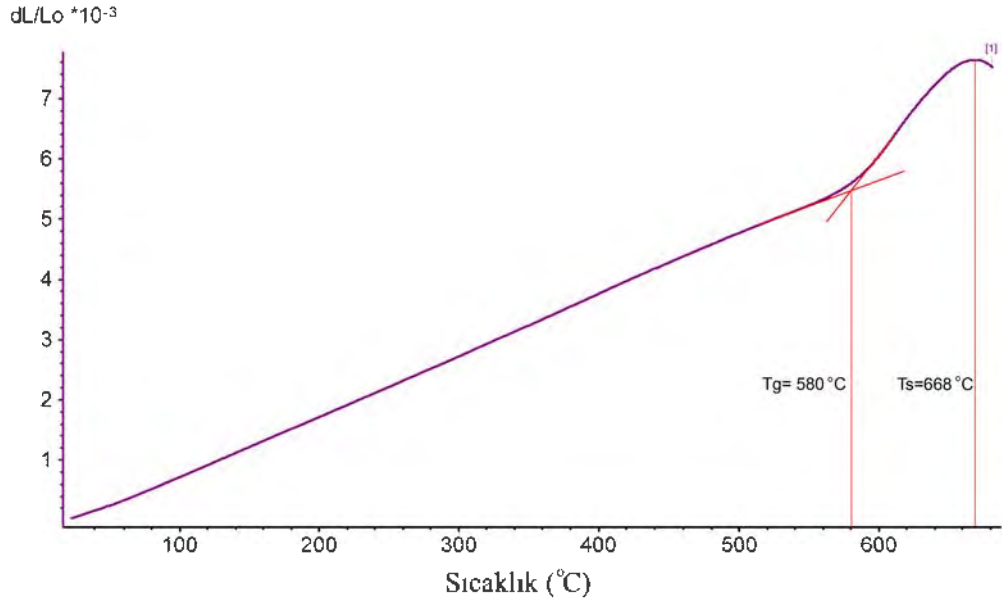
*: Cihaz tarafından tespit edilememiştir.

** : Analizin gerçekleştirildiği 1300 °C’den daha yüksek bir değere sahiptir.

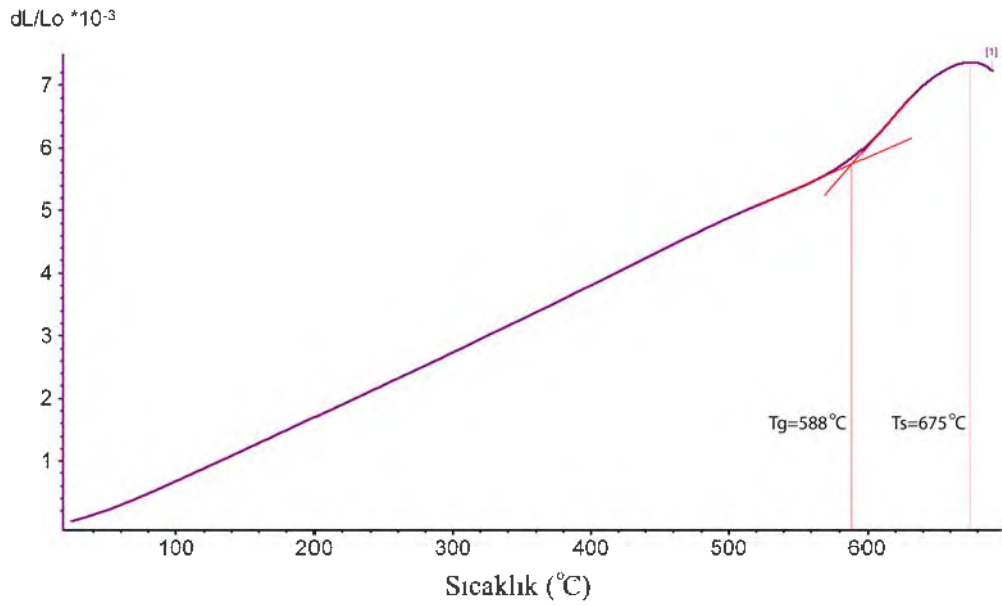
Ticari ürünlerin tavsiye edilen pişirim değerlerine göre VM9 dentin 910 °C’de, Noritake CZR dentin tabakası ise 930 °C’de pişirilmiştir. D8 tozu, 860 °C’de sinterlendiğinde (Çizelge 7.21) ise estetik olarak en iyi sonuca ulaşılmaktadır.

Bu durum enerji maliyeti ve fırın kullanım ömrü bakımından oldukça önemlidir. Fakat, özellikle ülkemizdeki diş teknisyenlerinin “yüksek sıcaklıkta pişirilen ürün daha sağlam olur” düşüncesinden dolayı, D8 dentin tozu ile elde

edilen ürüne karşı bir ön yargı gözlenmiştir. Bunun üzerine pişirim sıcaklığını yükseltmek amacıyla D8 fırınının yerine B kodlu fırının kullanılmasıyla Z-Dentin kodlu dentin tozu geliştirilmiştir. Her iki dentin tozunun dilatometre eğrisine Şekil 9.17 ve 9.18’de sunulmuştur.



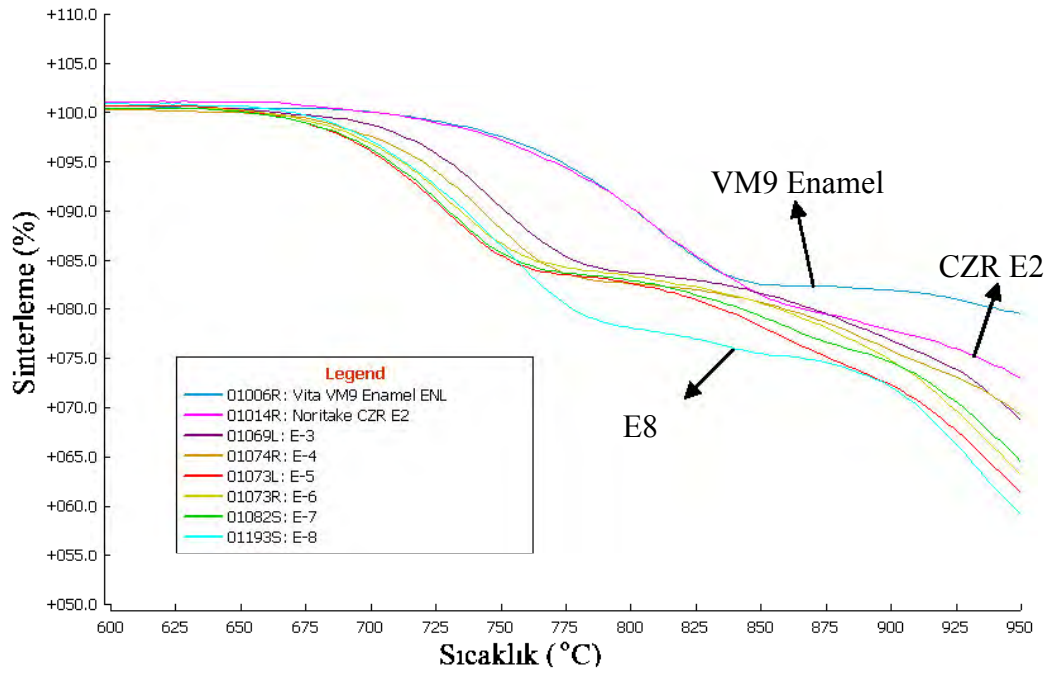
Şekil 9.17. D8 dentin tabakasının dilatometre eğrisi



Şekil 9.18. Z-Dentin kodlu dentin tabakasının dilatometre eğrisi

Dilatometre eğrilerinden cam geçiş ve yumuşama sıcaklıklarının sırasıyla 580 °C'den 588 °C'ye ve 668 °C'den 675 °C'ye yükseldiği tespit edilmiştir. Diş teknisyenleri tarafından gerçekleştirilen denemelere göre ürünün 900 °C'de pişirilmesiyle, (Çizelge 7.22) üretilen tüm dentin tozları içinde estetik açıdan en iyi sonuç elde edilmiştir.

Mine porselen tozlarının sinterlenme eğrilerine ve ergime davranışları (Şekil 9.19 ve Çizelge 9.6) dentin tozlarınıninkine oldukça yakındır.



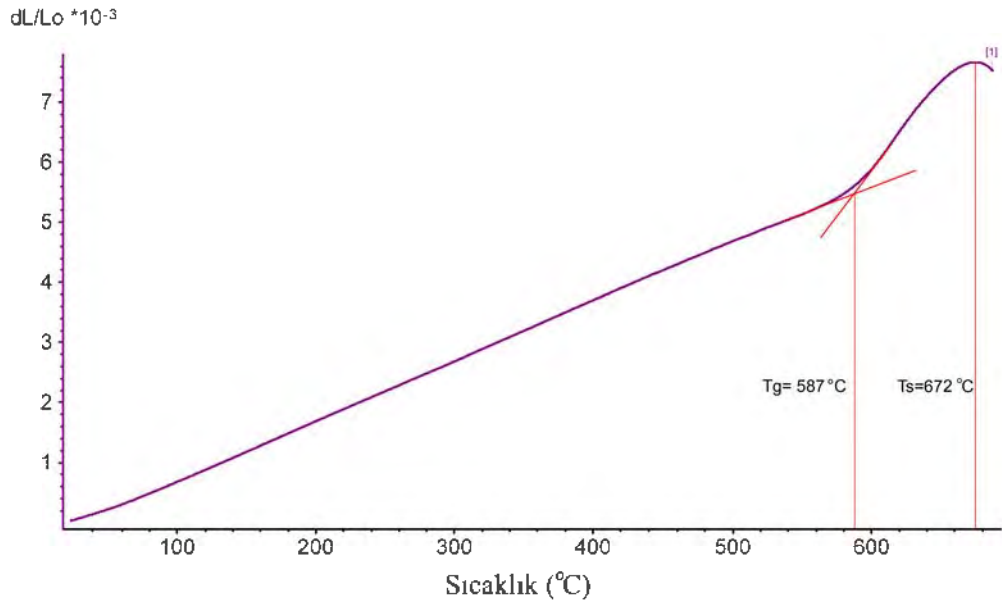
Şekil 9.19. Ticari ve üretilen bazı mine tozlarının sinterleme eğrileri

Çizelge 9.6. Vita VM9, Noritake CZR ve E8 mine tozlarının ergime davranışları

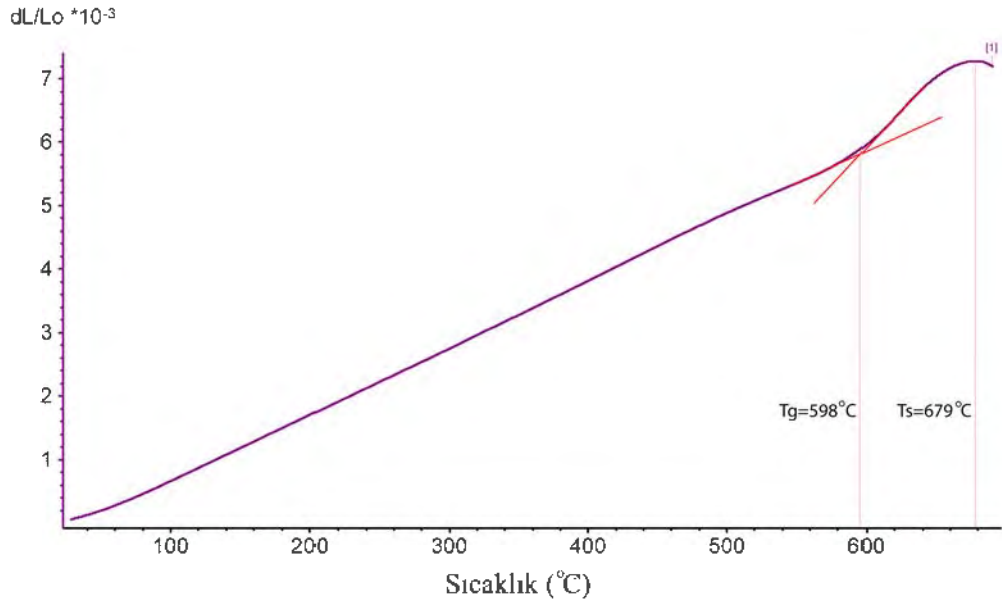
Ergime Noktaları	Vita VM9 Enamel	Noritake CZR E2	E8
	Sıcaklık (°C)		
Sinterlenme	774	770	714
Yumuşama	936	948	838
Küre	1056	1048	958
Yarım Küre	1242	1144	1068
Akma	**	1266	1240

** : Analizin gerçekleştirildiği 1300 °C'den daha yüksek bir değere sahiptir.

Dentin çalışmasına benzer biçimde 860 °C’de pişirilen (Çizelge 7.21) E8 kodlu mine tozuna alternatif olarak geliştirilen Z-Mine’nin 900 °C’de pişirilmesiyle (Çizelge 7.22) en iyi sonuca ulaşılmıştır. E8 kodlu mine bileşimindeki E-8 fırıtının yerine B fırıtının kullanılmasıyla üretilen E-Mine tabakasının cam geçiş ve yumuşama sıcaklıklarında meydana gelen artış dilatometre eğrilerinden anlaşılmaktadır (Şekil 9.20 ve 9.21).

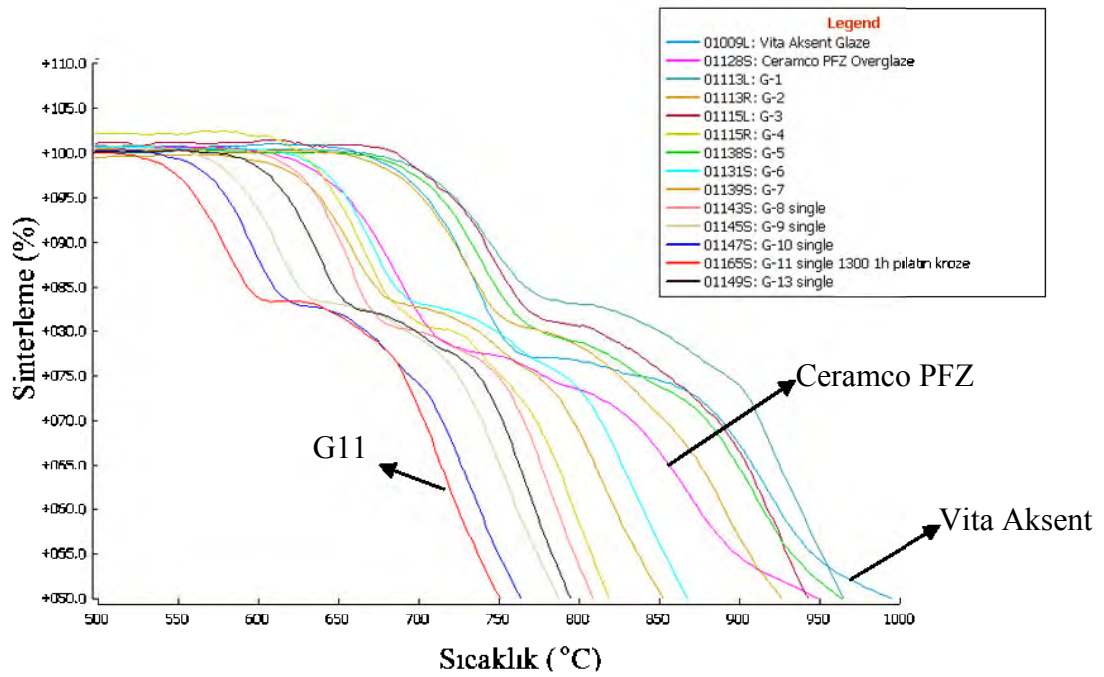


Şekil 9.20. E8 mine tabakasının dilatometre eğrisi



Şekil 9.21. Z-Mine kodlu mine tabakasının dilatometre eğrisi

Vita Aksent, Ceramco PFZ ve üretilen bazı sır tozlarının sinterlenme eğrileri Şekil 9.22, bu tozlara ait ergime davranışları ise Çizelge 9.7’de verilmiştir. Her iki ticari ürün karşılaştırıldığında Ceramco Firması’nın sır tozunun daha düşük sıcaklıkta sinterlenmeye başladığı ve eridiği görülmektedir (Çizelge 9.7). Çalışmada bu ticari tozlardan daha düşük ergime sıcaklığına sahip farklı sır bileşimleri geliştirilmiştir (G6, G8-13). Parlaklık, yüzey düzgünlüğü ve Z-Mine kodlu mine tozu ile uyum açısından üretilen sır tozları içinde G11 (Z-Sır) en tatminkâr sır bileşimi olarak seçilmiştir.



Şekil 9.22. Ticari ve üretilen bazı sır tozlarının sinterleme eğrileri

Çizelge 9.7. Vita Aksent, Ceramco PFZ ve G7 sır tozlarının ergime davranışları

Ergime Noktaları	Vita Aksent Glaze	Ceramco PFZ Glaze	G11
	Sıcaklık (°C)		
Sinterlenme	706	658	560
Yumuşama	840	796	652
Küre	936	888	771
Yarım Küre	1052	1000	895
Akma	1280	1184	1085

9.4. Isıl Genleşme Katsayısı Analizi Sonuçları

Çok tabakalı sistemlerde ısı genleşme uyumu bakımından alt katmanın genleşme katsayısının (α), bir üst tabakaninkine eşit veya az da olsa büyük olması gerekmektedir. Bu şekilde üst katmanda basma gerilmeleri oluşarak darbelere karşı daha dayanıklı hale gelir. Çok tabakalı diş porselenlerinde de her bir katmanın genleşme katsayısı diğeri için önem taşımaktadır. Teorik olarak sıralama şu şekilde olmalıdır;

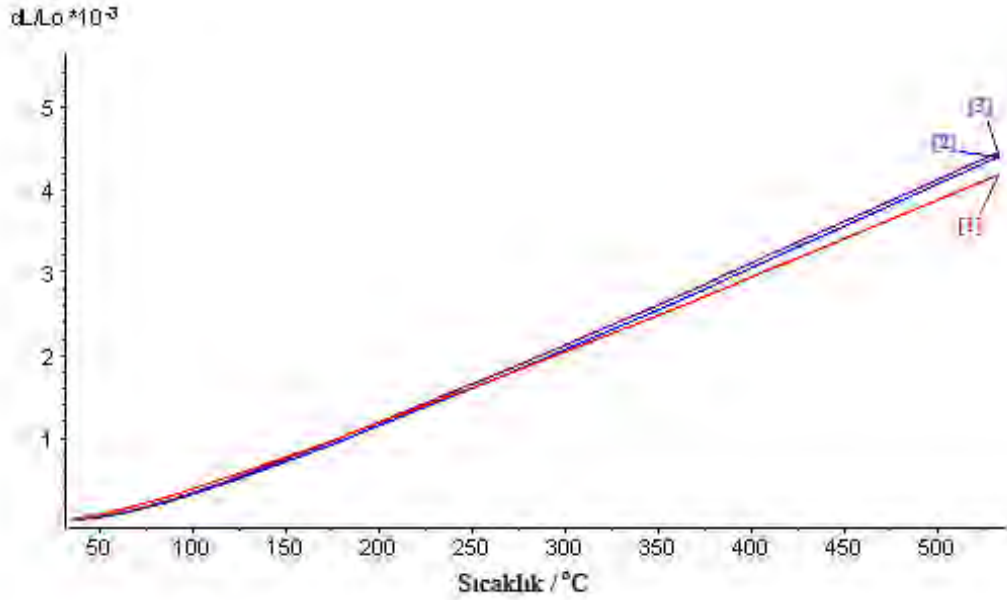
$$\alpha_{\text{destek (zirkonya)}} \geq \alpha_{\text{opak}} \geq \alpha_{\text{dentin}} \geq \alpha_{\text{mine}} \geq \alpha_{\text{sır}}$$

Ticari ve çalışmada üretilen tabakaların ısı genleşme katsayısı test sonuçları Çizelge 9.8’de sunulmuştur.

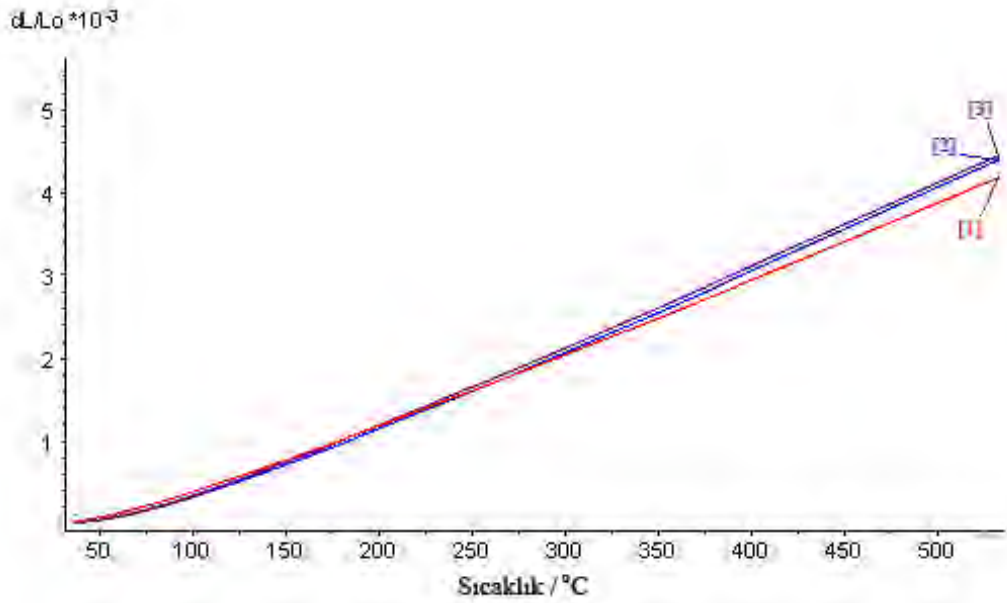
Çizelge 9.8. Porselen tabakaların ısı genleşme katsayıları

Porselen Adı	Isıl Genleşme Katsayısı 50-550 °C (α) x10 ⁻⁶ 1/°K
Vita VM9 Opak	8,34
Vita VM9 Dentin	9,06
Vita VM9 Mine	9,12
Noritake CZR Opak	9,43
Noritake CZR Dentin	9,97
Noritake CZR Mine	9,98
Noritake CZR Sır	7,42
P.L24 Opak	8,36
D8 Dentin	9,53
E8 Mine	9,44
P.L27 Opak	9,63
Z-Opak (P.L34)	9,72
Z-Dentin	9,51
Z-Mine	9,46
Z-Sır	9,10

Ticari porselen toz serilerinin her ikisinde de opak tabakasının beklenenin aksine sistemin en düşük genleşme katsayısına sahip olduğu görülmektedir. Genleşme katsayısı eğrilerinde tabakalar arasındaki uyumsuzluk daha açık bir şekilde ortaya çıkmaktadır (Şekil 9.23 ve 9.24).



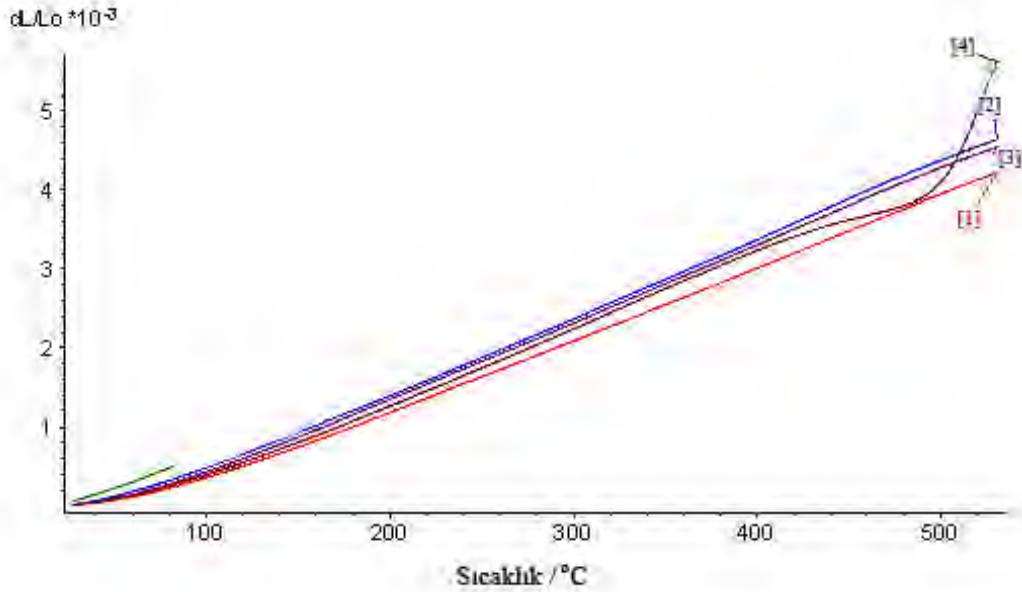
Şekil 9.23. Vita VM9 katmanlarının ısı genleşme eğrileri (1: VM9 opak, 2: VM9 Dentin, 3: VM9 Mine)



Şekil 9.24. Noritake CZR katmanlarının ısı genleşme eğrileri (1: CZR opak, 2: CZR Dentin ve 3: CZR Mine)

Bu durum dentin tabakasının pişirimi sonrasında yapıda gerilimlere, makro veya mikro çatlakların oluşumuna yol açabilir. Vita Firması, VM9 porselen tozlarının α 'sının $8,8-9,2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (25-500 °C) [233], Noritake ise CZR porselen tozlarının söz konusu değerinin $9,1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (50-500 °C) [214] olduğunu belirtmiş fakat, tabakalar ile ilgili detay bilgi vermemiştir.

Çalışmada üretilen tabakalardan P.L24, D8 ve E8 ürünlerinin bir arada kullanıldığı uygulamalarda P.L24 opak tabakasından kaynaklanan α uyumsuzluğu gözlenmiştir (Çizelge 9.8 ve Şekil 9.25). Opak tozunun üretiminde karışıma ilave edilen $\sim \% 30$ oranındaki opaklaştırıcı oksitler opak tabakanın ısı genleşme katsayısının dentin ve mineye kıyasla daha düşük olmasına sebep olmuştur.

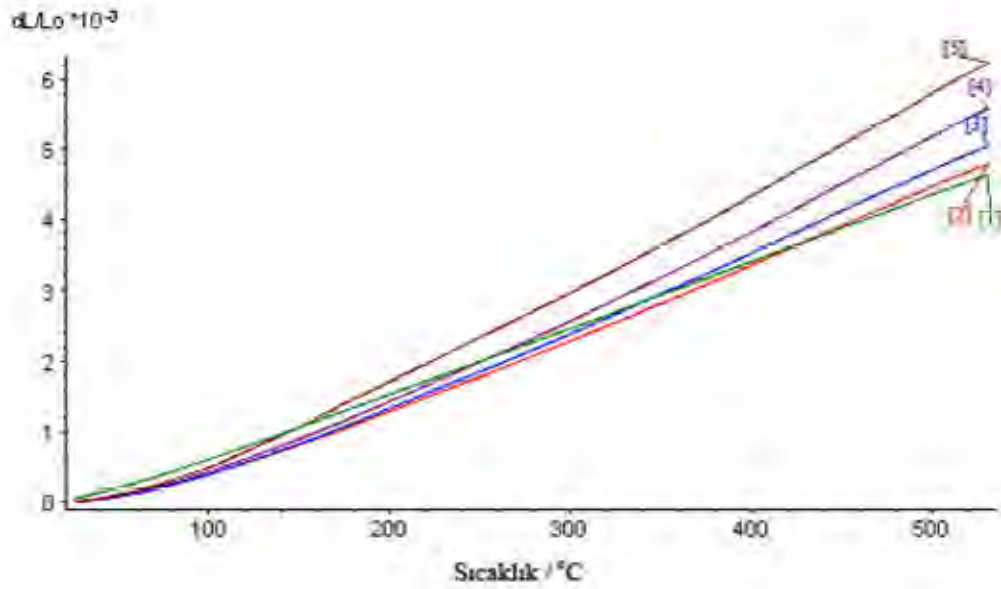


Şekil 9.25. P.L24 opak, D8 dentin ve E8 mine tabakalarının ısı genleşme katsayısı eğrileri
(1: P.L24 opak, 2: D8 dentin ve 3: E8 mine, 4: Z-Sır)

Metal destekli porselen üretiminde α 'yı yükselterek metal ile uyumu sağlamak amacıyla, yüksek miktarda kullanılan lüsit (KAlSi_2O_6) kristalinden faydalanılmaktadır [79, 102, 154-174, 234]. Dolayısıyla sentezlenen lüsit firitinin ($\alpha = 13,45 \times 10^{-6} \text{ 1/}^\circ\text{K}$) $\% 10-50$ oranında kullanılmasıyla oluşturulan P.L25-29 kodlu opak tabakaların ısı genleşme katsayısı değerleri Çizelge 9.9'da, eğrileri ise Şekil 9.26'de verilmiştir.

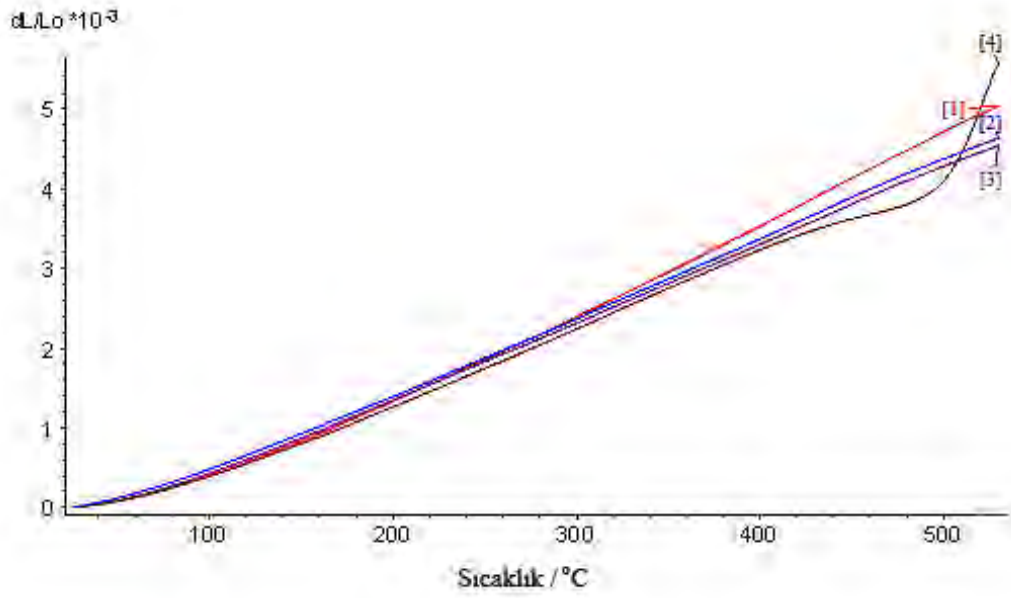
Çizelge 9.9. Lüsit içeren opak porselen tozlarının ısı genleşme katsayıları

Opak Tabaka Adı	Isıl Genleşme Katsayısı 50-550 °C (α) $\times 10^{-6}$ 1/°K
P.L24	8,36
P.L25	8,52
P.L26	9,26
P.L27	9,63
P.L28	10,26
P.L29	11,39



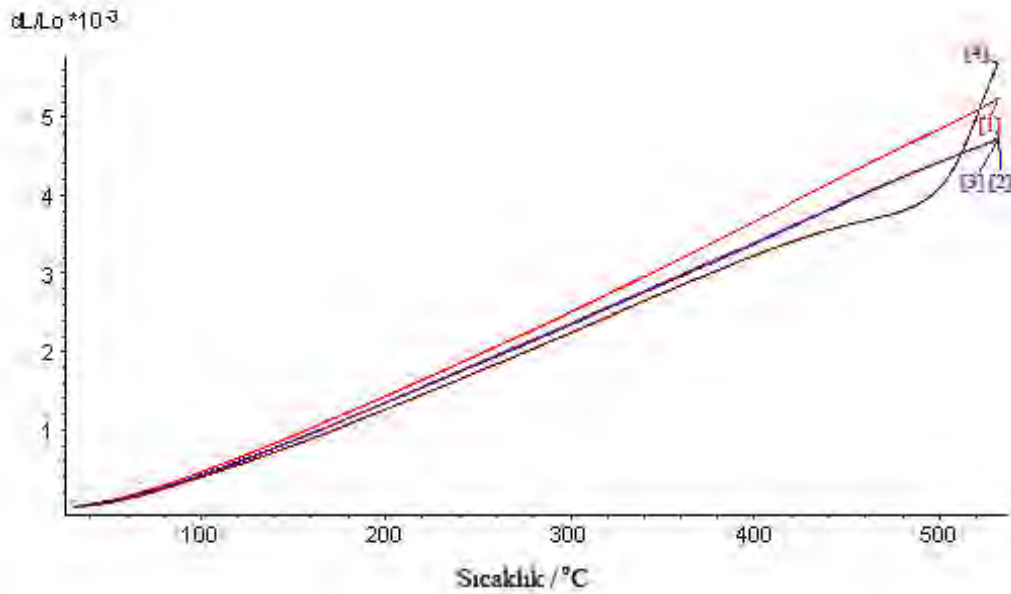
Şekil 9.26. Lüsit içeren opak porselen tozlarının ısı genleşme katsayısı eğrileri (1: P.L25, 2: P.L26, 3: P.L27, 4: P.L28 ve 5: P.L29)

Beklenildiği gibi opak tozlarının bileşimdeki lüsit miktarının artışına paralel olarak tabakaların α 'sı yükselmiştir. Lüsit-esaslı firin % 30 oranında kullanılmasıyla sistem için arzu edilen α değerine ve ürünlerin uygun genleşme katsayısı sırasına ulaşılmıştır (Şekil 9.27).



Şekil 9.27. P.L27 opak, D8 dentin, E8 mine ve Z-Sır tabakalarının ısı genleşme katsayısı eğrileri (1: P.L27 opak, 2: D8 dentin 3: E8 mine ve 4: Z-Sır)

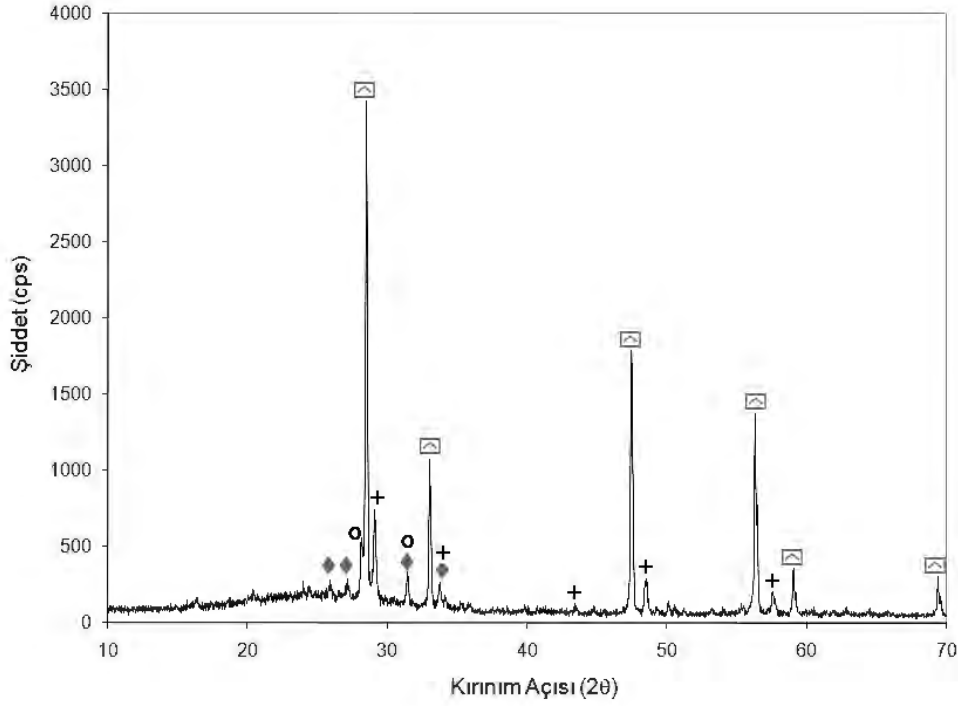
Belirtilen ürünlere alternatif olarak geliştirilen Z serisi (Z-Opak, Z-Dentin, Z-Mine ve Z-Sır) diş porseleni setinin α 'ları incelendiğinde tüm tabakaların birbirleriyle uyumlu olduğu tespit edilmiştir (Çizelge 9.8 ve Şekil 9.28).



Şekil 9.28. Z serisi porselen tabakaların ısı genleşme katsayısı eğrileri (1: Z-Opak, 2: Z-Dentin, 3: Z-Mine ve 4: Z-Sır)

9.5. XRD Analizi Sonuçları

Vita ve Noritake Firmaları'nın opak porselenlerine ait XRD analizi sonuçları Şekil 9.29 ve 9.30'da sunulmuştur.

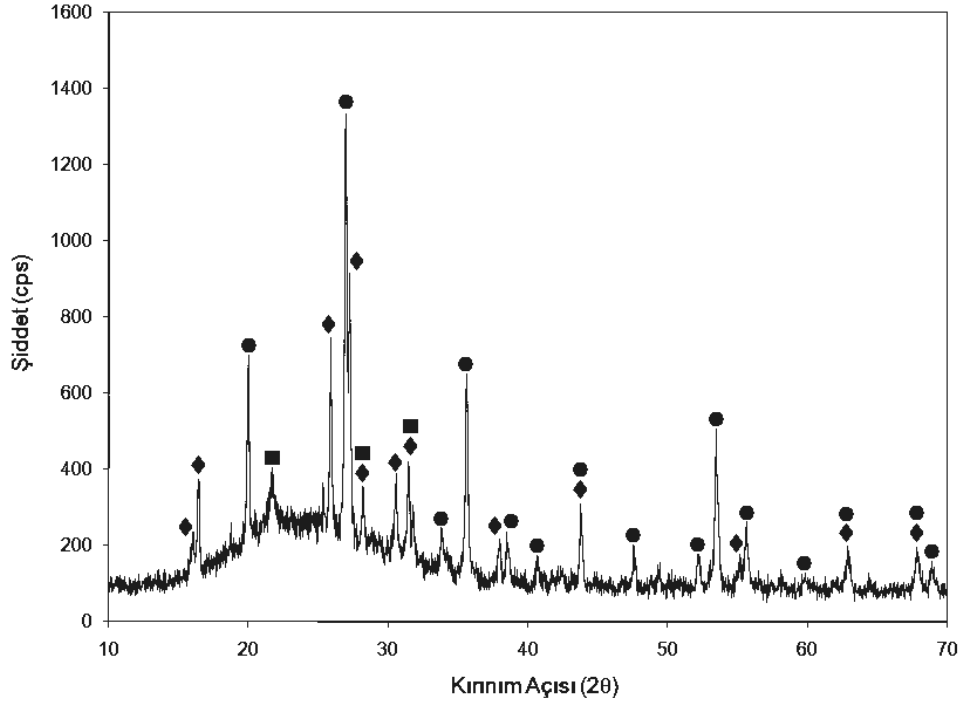


Şekil 9.29. Vita VM9 opak porseleninin XRD deseni [□: serianit (CeO_2), o: badeleyit (ZrO_2), ♦: lüsit (KAlSi_2O_6), +: yitriya (Y_2O_3)]

XRD deseninden Vita VM9 opak tabakasının serianit, badeleyit, lüsit ve yitriya fazlarını içerdiği anlaşılmaktadır. Sistemde ana opaklaştırıcı faz olarak yüksek derecede opaklık etkisine sahip olan CeO_2 [231] tercih edilmiştir. Sistemde yer alan Y_2O_3 dış porselenlerine floresans özellik kazandırmaktadır ve söz konusu tabakaya daha estetik bir görünüm sağlamak için kullanılmıştır [232]. Metal destekli porselenlerin vazgeçilmez bileşeni olan lüsit [79, 102, 154-174, 234], opak tabakanın ısı genleşme katsayısını attırmak üzere sisteme ilave edilmiştir.

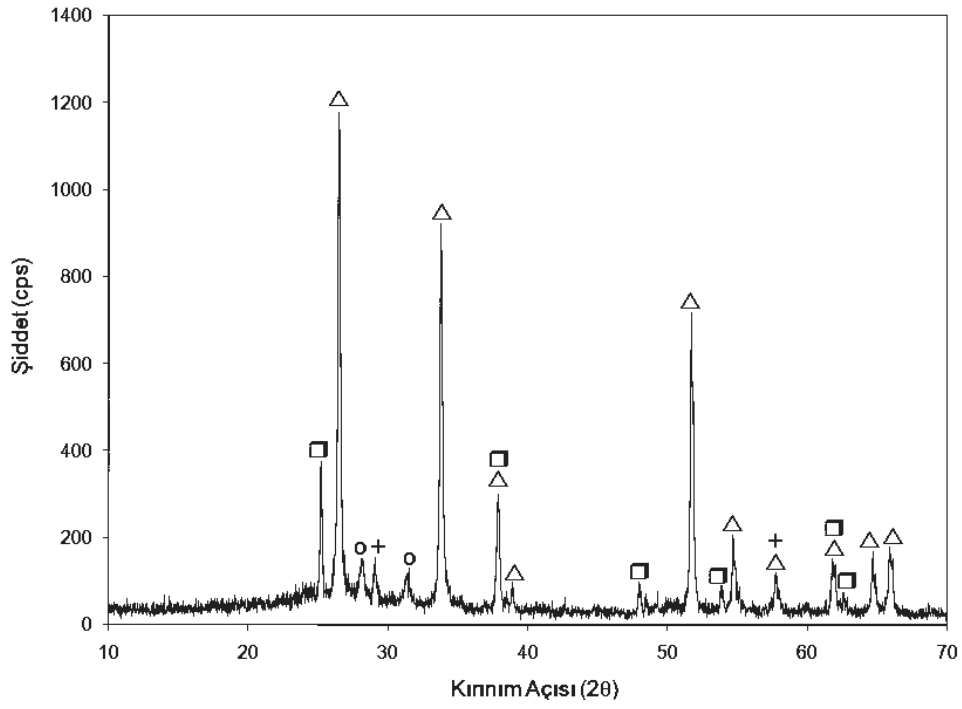
Noritake opak katmanında ise opaklaştırıcı olarak seramik sırlarının da temel bileşeni olan zirkondan (ZrSiO_4) faydalanılmıştır. Kimyasal analiz sonuçlarında yer alan ZrO_2 'nin de bu hammaddeden geldiği anlaşılmaktadır. VM9

opak tozunda olduğu gibi ısı genleşme katsayısını ayarlamak için lüsitten faydalanılır iken bunun yanı sıra genleşme katsayısının çok yüksek olduğu bilinen kristobalit de (SiO_2) sisteme ilave edilmiştir.

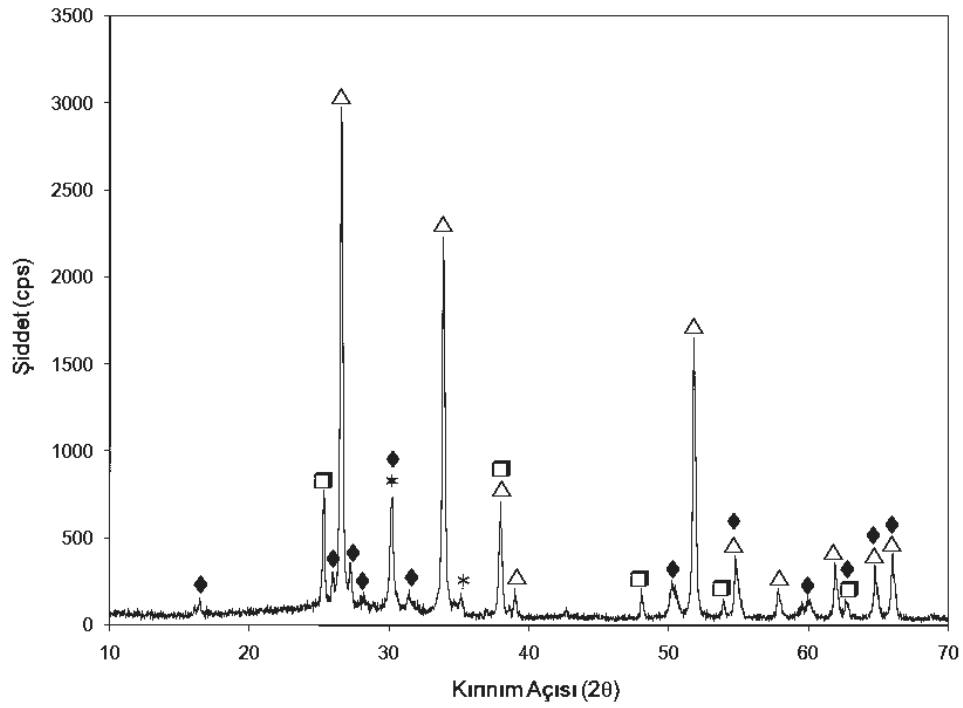


Şekil 9.30. Noritake CZR opak tabakasının XRD deseni [♦: lüsit (KAlSi_2O_6), ●: zirkon (ZrSiO_4), ■: kristobalit (SiO_2)]

P.L24 kodlu opak porselenine ait XRD deseni Şekil 9.31’de verilmiştir. Yapıdaki ana kristal fazların kasiterit (SnO_2), badeleyit (ZrO_2), anataz (TiO_2) ve yitriya (Y_2O_3) olduğu görülmektedir. Sistemde opaklaştırıcı olarak SnO_2 , ZrO_2 ve TiO_2 ’den faydalanılmıştır. SnO_2 ve TiO_2 mevcut ticari dış porselenlerinin sahip olduğu bileşimlerden farklı yeni bir ürün geliştirmek amacıyla tercih edilmiştir. Bunun yanında ilave opaklaştırıcı olarak ZrO_2 ve floresans etkisinden dolayı Y_2O_3 kullanılmıştır. Fakat lüsit kullanılmadığı için dentin ve mine tabakalarından daha düşük bir ısı genleşme katsayısı elde edilmiştir (Çizelge 9.8 ve Şekil 9.19). Isıl genleşme katsayısını yükseltmek için lüsit ilave edilen, bunun yanında badeleyit ve Y_2O_3 yerine yitriya ile yarı kararlı hale getirilmiş tetragonal ZrO_2 (t-zirkonya) kullanılarak hazırlanan P.L27 tabakasının XRD analiz sonucu incelendiğinde, belirtilen faz değişiklikleri görülmektedir (Şekil 9.32).

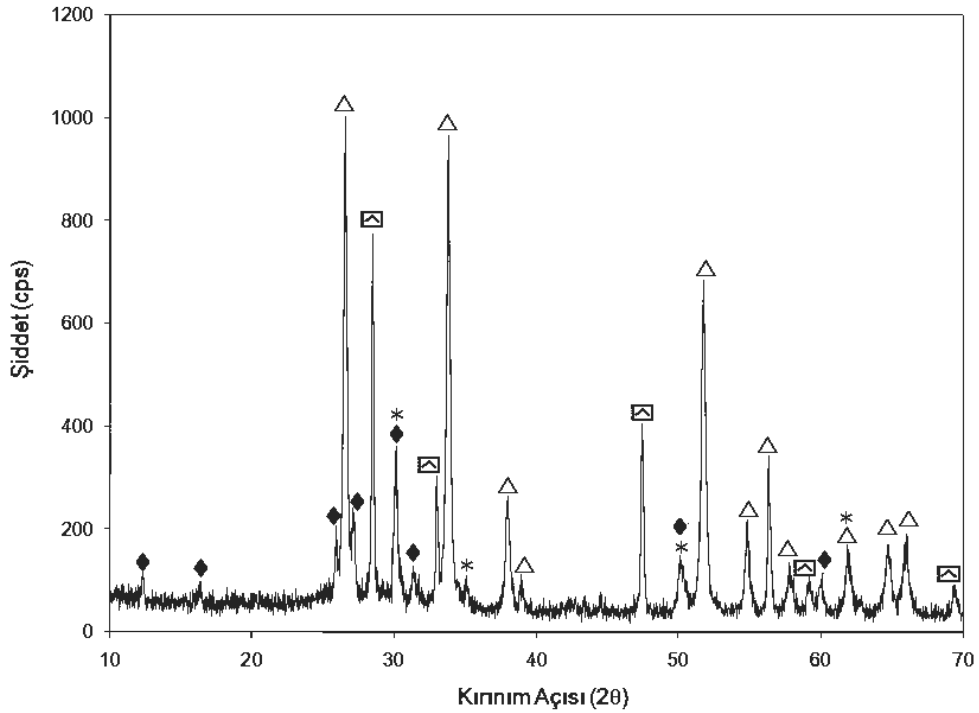


Şekil 9.31. P.L24 opak porseleninin XRD deseni [△: kasiterit (SnO_2), ◻: anataz (TiO_2), o: badeleyit (ZrO_2), +: yitriya (Y_2O_3)]



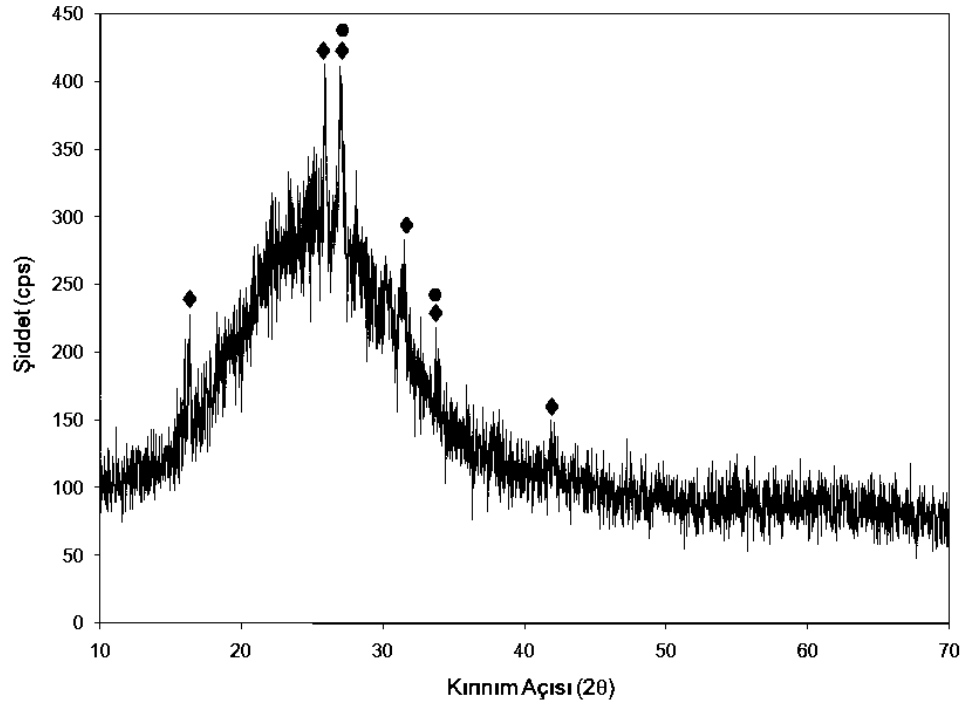
Şekil 9.32. P.L27 opak porseleninin XRD deseni [△: kasiterit (SnO_2), ◻: anataz (TiO_2), *: t-zirkonya (ZrO_2), ◆: lüsit (KAlSi_2O_6)]

Sonuç olarak, yapısında ticari opak tozlarından çok farklı fazları barındıran yeni bir opak tabakası üretilmiştir. Camsı faz içinde düşük oranda kabarcık oluşturma ve opaklık verme özelliğinden faydalanarak daha da estetik bir ürün geliştirmek üzere TiO_2 'nin yerine CeO_2 'nin tercih edildiği Z-Opak kodlu ürünün XRD deseni gözden geçirildiğinde sistemde kasiterit (SnO_2), t-zirkonya (ZrO_2), serianit (CeO_2) ve lüsit (KAlSi_2O_6) fazlarının yer aldığı tespit edilmiştir (Şekil 9.33).

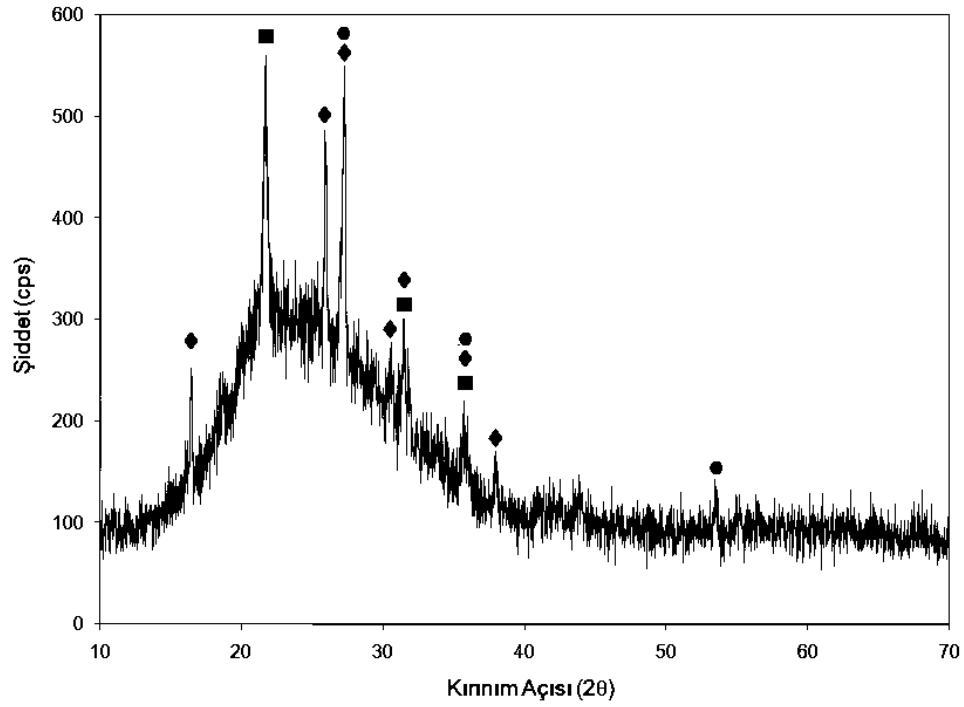


Şekil 9.33. Z-Opak porseleninin XRD deseni [$\triangle$: kasiterit (SnO_2), $\square$: serianit (CeO_2), *: t-zirkonya (ZrO_2), $\blacklozenge$: lüsit (KAlSi_2O_6)]

Ticari dentin tabakasına ait XRD analiz sonuçları her iki üründe de lüsit fazının varlığına işaret etmektedir (Şekil 9.34 ve 9.35). VM9 porseleninde lüsit ile hem ısı genleşme katsayısı ayarlanırken hem de dentin tabakasından beklenen yarı ışık geçirgenliği sağlanmaktadır. CZR dentin porseleninde ise opak tozunda olduğu gibi lüsite ilave olarak kristobalit fazı da gözlenmiştir (Şekil 9.35).

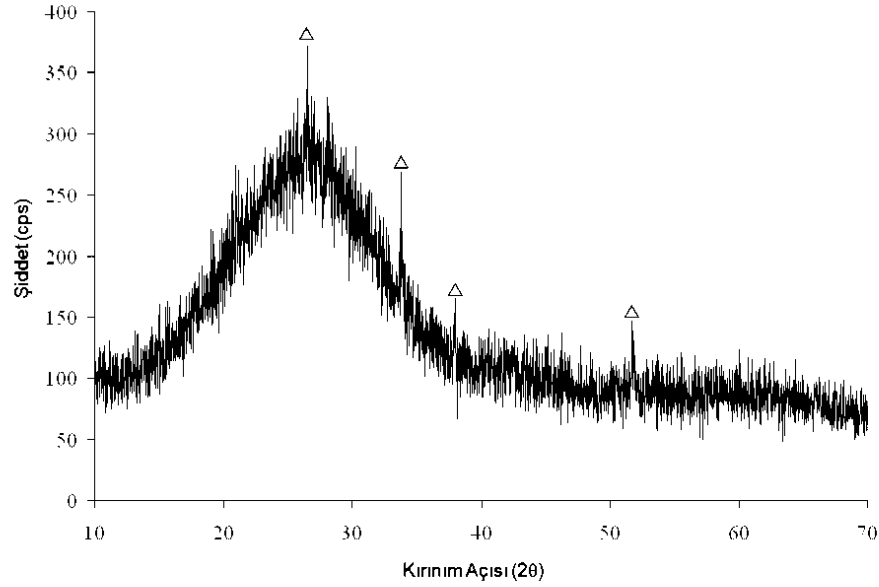


Şekil 9.34. Vita VM9 dentin tabakasının XRD deseni [◆: lwsit (KAlSi_2O_6) ve ●: zirkon (ZrSiO_4)]



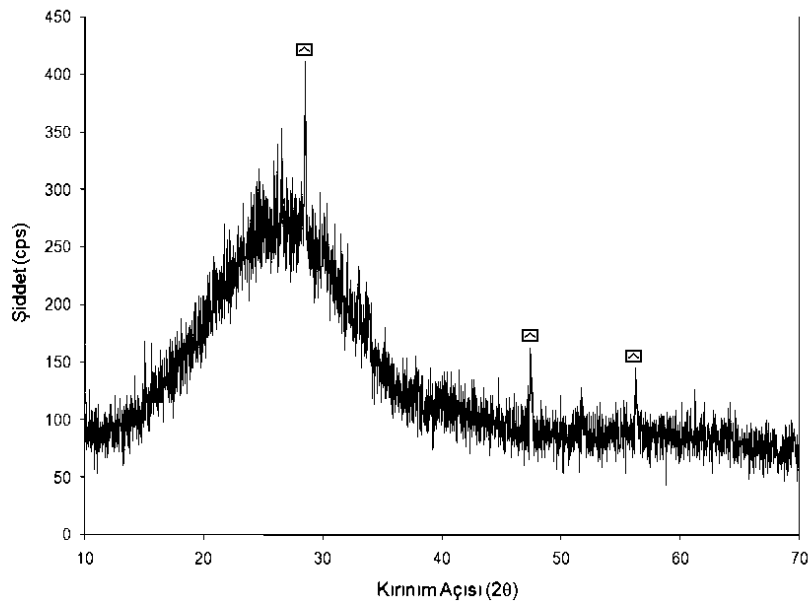
Şekil 9.35. Noritake CZR dentin tabakasının XRD deseni [◆: lwsit (KAlSi_2O_6), ■: kristobalit (SiO_2), ●: zirkon (ZrSiO_4)]

Çalışmada üretilen D8 kodlu dentin tabakasının XRD deseninde sadece opaklaştırıcı olarak ilave edilen kasiterit (SnO_2) fazına ait pikler gözlenmektedir (Şekil 9.36). Isıl genleşme katsayısı uyumsuzluğu yaşanmadığı için sisteme ticari tabakalarda kullanılan lüsit ilavesi yapılmamış ve bundan dolayı yapıda ilgili faza rastlanmamıştır.



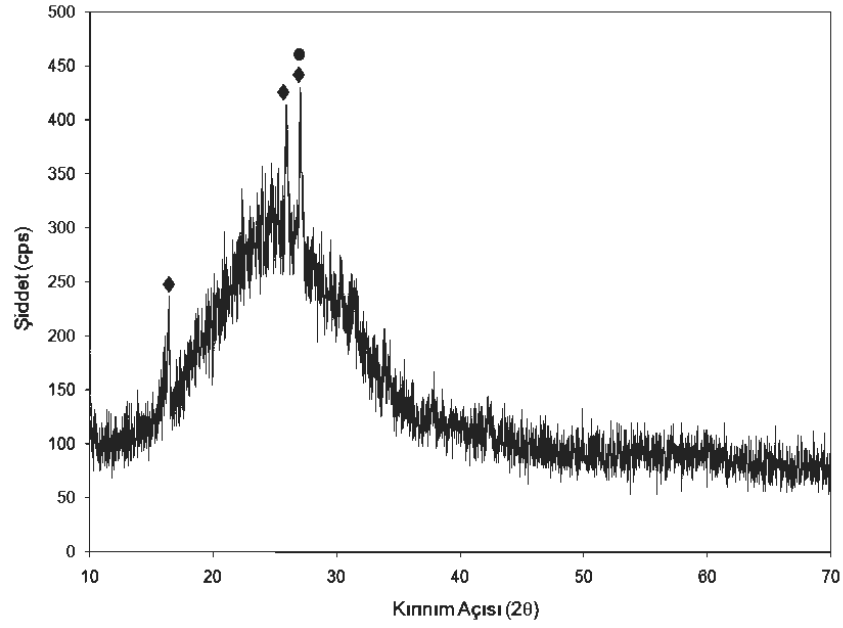
Şekil 9.36. D8 kodlu dentin katmanının XRD deseni [Δ : kasiterit (SnO_2)]

SnO_2 yerine CeO_2 kullanılarak hazırlanan Z-Dentin katmanının XRD sonucunda söz konusu değişiklik göze çarpmaktadır (Şekil 9.37).

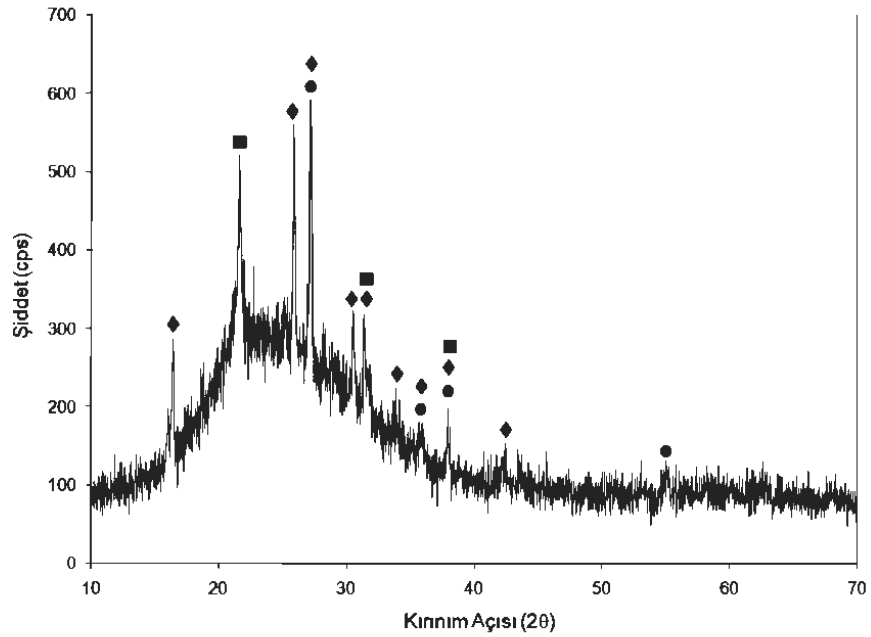


Şekil 9.37. Z-Dentin kodlu dentin tabakasının XRD deseni [$\square$: serianit (CeO_2)]

Her iki ticari mine tabakasına ait XRD desenleri Şekil 9.38 ve 9.39’da sunulmuştur. Analiz sonuçları dentin tabakası ile büyük ölçüde benzerlik göstermektedir. VM9 mine katmanında ana kristal faz lüsit iken CZR tabakasında buna ilaveten kristobalit fazı da görülmektedir.

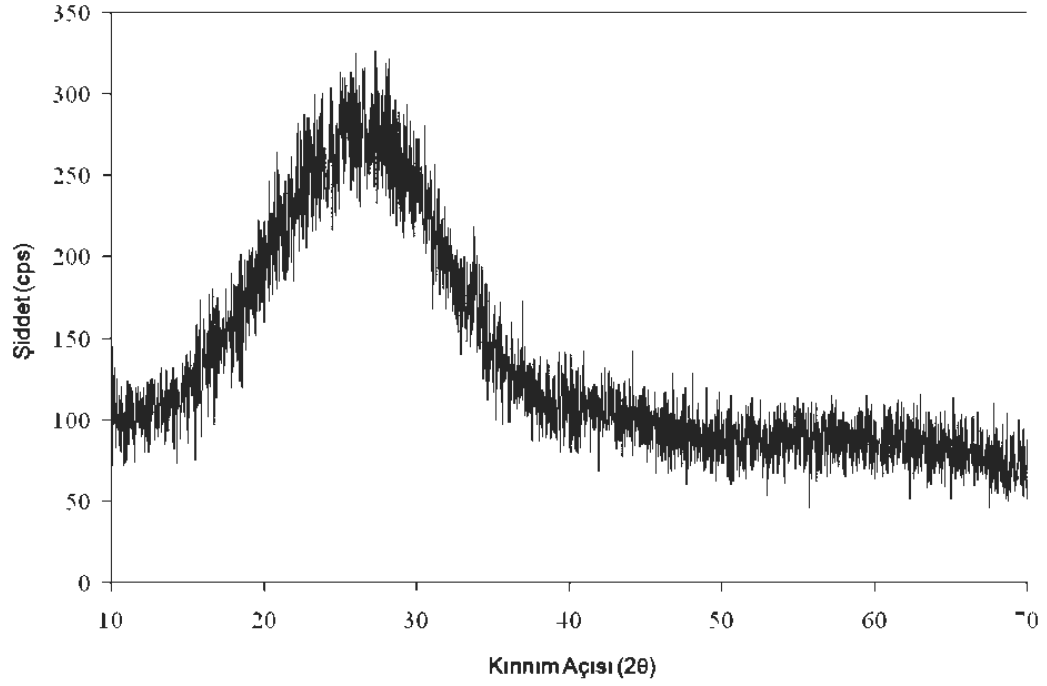


Şekil 9.38. Vita VM9 mine tabakasının XRD deseni [♦: lüsit (KAlSi_2O_6) ve ●: zirkon (ZrSiO_4)]

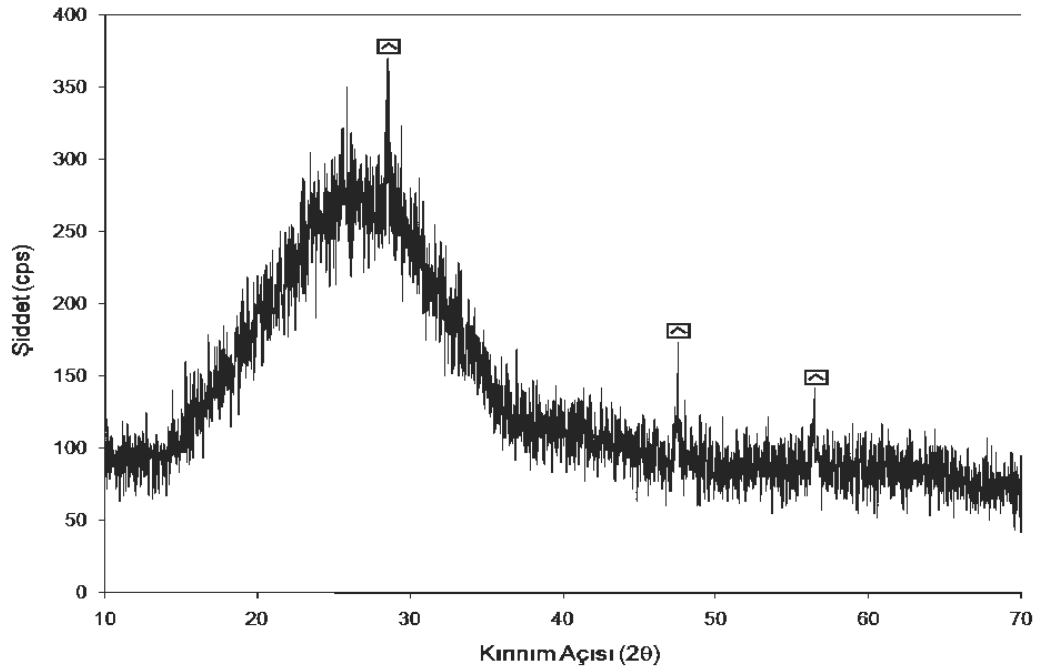


Şekil 9.39. Noritake CZR mine tabakasının XRD deseni [♦: lüsit (KAlSi_2O_6), ■: kristobalit (SiO_2), ●: zirkon (ZrSiO_4)]

E8 kodlu mine tabakasında çok az miktarda ($< \% 0,5$) SnO_2 kullanıldığı için XRD deseninde söz konusu faz tespit edilememiştir (Şekil 9.40). Z-mine kodlu tabakada yer alan CeO_2 fazına ait pikler ise görülmektedir.

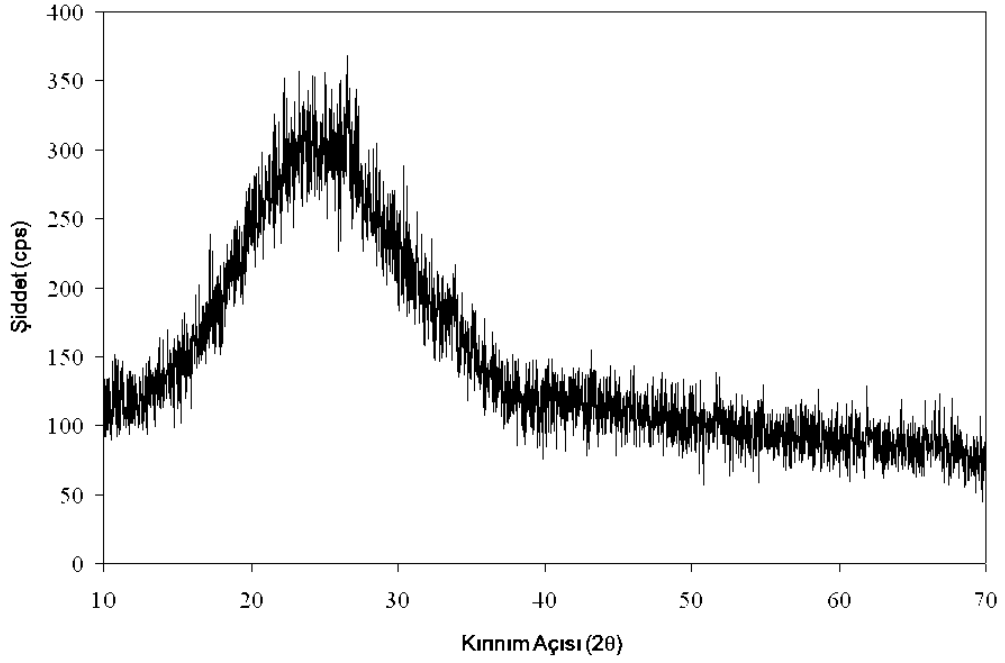


Şekil 9.40. E8 kodlu mine tabakasının XRD deseni

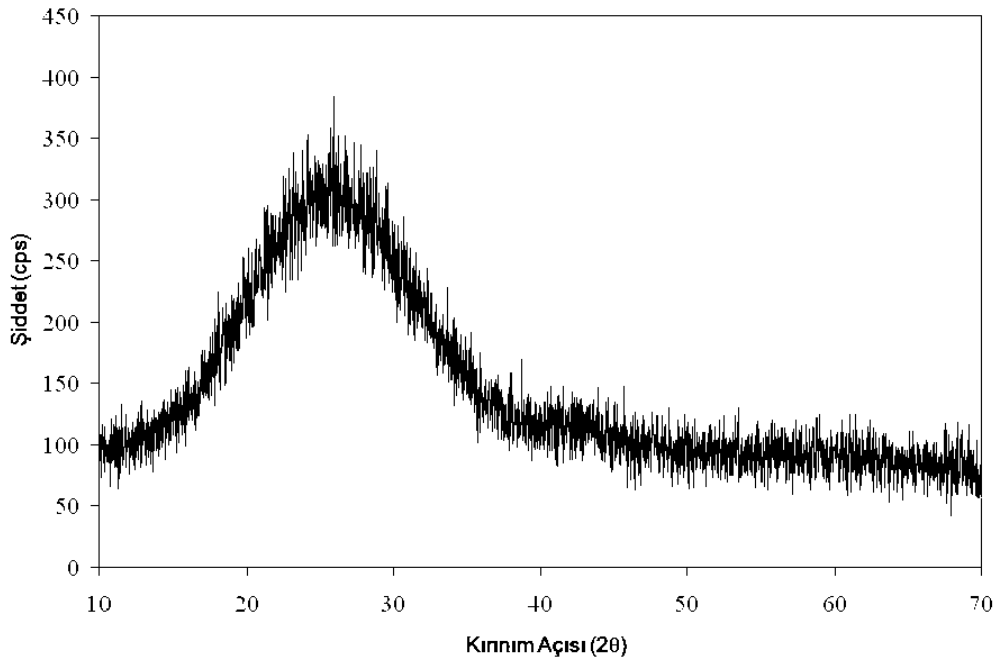


Şekil 9.41. Z-Mine kodlu mine tabakasının XRD deseni [☒: serianit (CeO_2)]

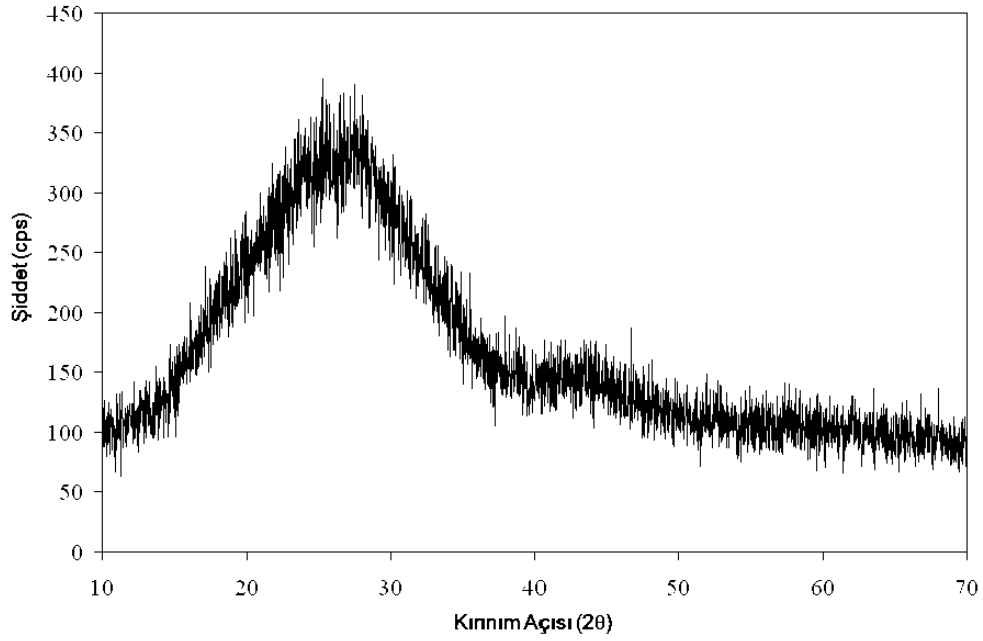
Ticari ve çalışmada üretilen sırlar incelendiğinde, ürünlerin (Vita Aksent sıırı, Noritake CZR sıırı ve Z-sırı) kristal faz içirmedikleri, camsı yapıya sahip oldukları görülmektedir (Şekil 9.42-9.44).



Şekil 9.42. Vita Aksent sıırının XRD deseni



Şekil 9.43. Noritake CZR sıırının XRD deseni

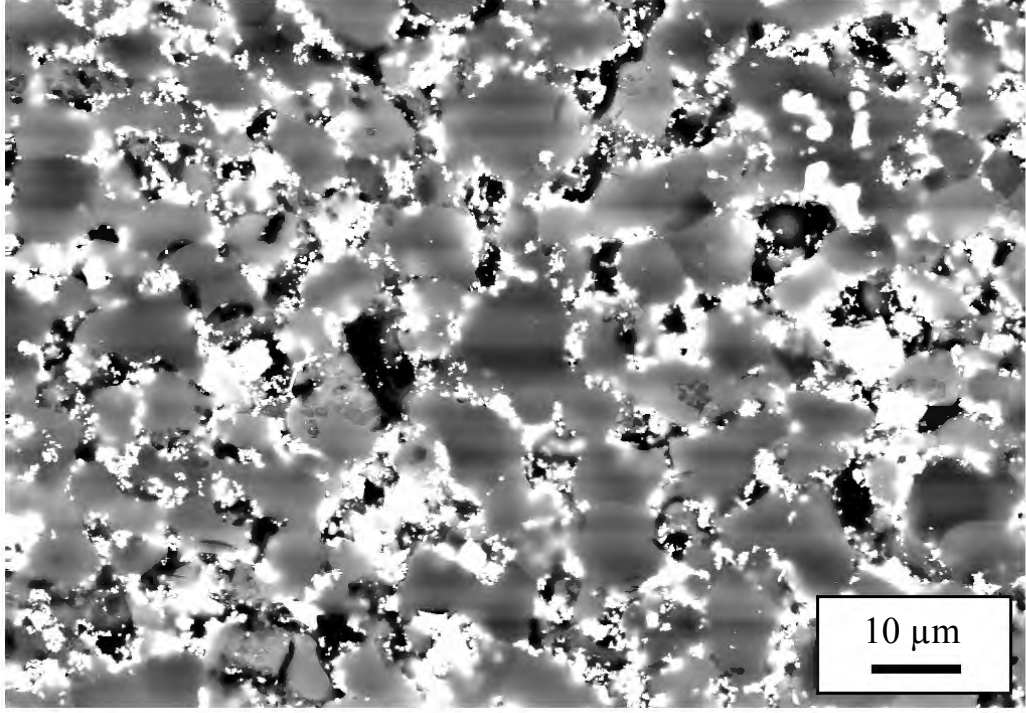


Şekil 9.44. Z-Sr kodlu ürünün XRD deseni

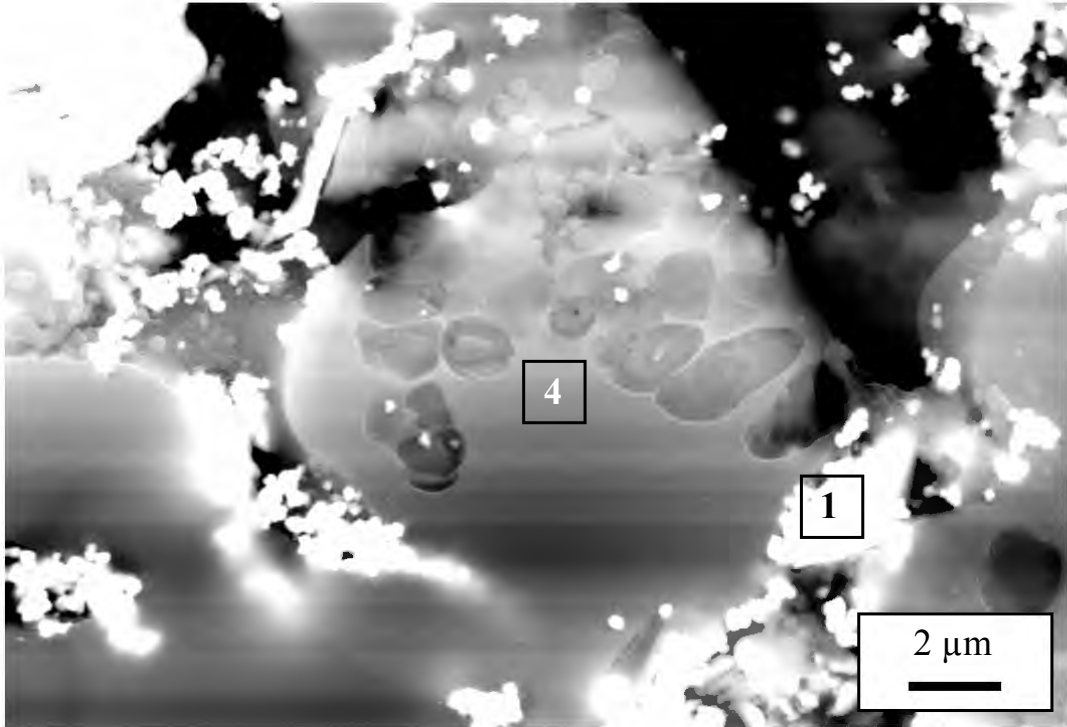
9.6. SEM ve EDX Analizi Sonuçları

Ticari ve çalışmada üretilen tabakaların taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile karakterizasyonunda geri yansıyan elektron görüntülerinden faydalanılmıştır.

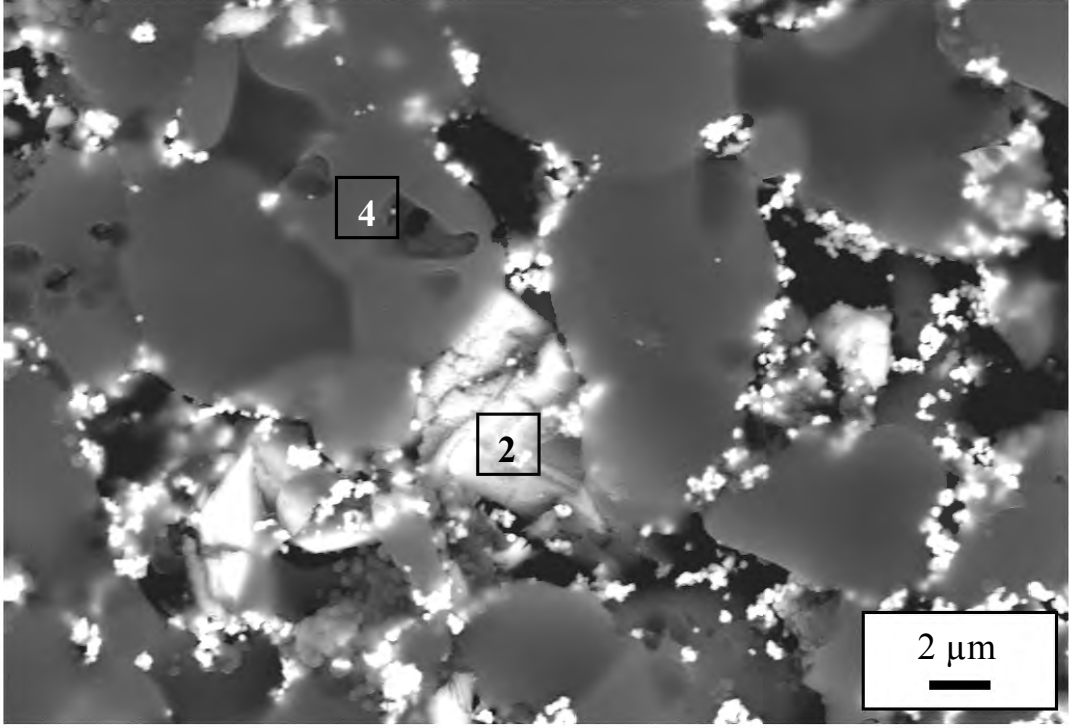
Vita VM9 opak tabakasından alınan SEM görüntüleri Şekil 9.45-9.48’da verilmiştir. Mikroyapı incelendiğinde koyu gri ve beyaz iki farklı bölge göze çarpmaktadır. Yüksek büyütmede elde edilen görüntülerden (Şekil 9.46-9.48) gri bölgelerin camsı faz olduğu ve bunların içinde kristal oluşumlarının meydana geldiği, beyaz bölgelerin ise birden fazla kristal faz içerdiği anlaşılmıştır. Şekil 9.48’deki fotoğrafta yer alan tanelere uygulanan EDX analizi ile elde edilen elementsel analiz sonuçlarından porselen içinde dağılmış şekilde bulunan çok küçük boyuttaki beyaz tanelerin (1) CeO_2 (Şekil 9.49), büyük oval şekle sahip beyaz fazların (2) ZrO_2 (Şekil 9.50), büyük grimsi beyaz kristallerin (3) Y_2O_3 (Şekil 9.51) ve camsı faz içerisinde oluşan gri tanelerin (4) ise K_2O , SiO_2 ve Al_2O_3 ’ten (Şekil 9.52) meydana geldiği tespit edilmiştir. XRD analizi ile karşılaştırıldığında söz konusu tanelerin sırasıyla seranit, badeleyit, yitriya ve lüsit kristallerine ait oldukları anlaşılmıştır.



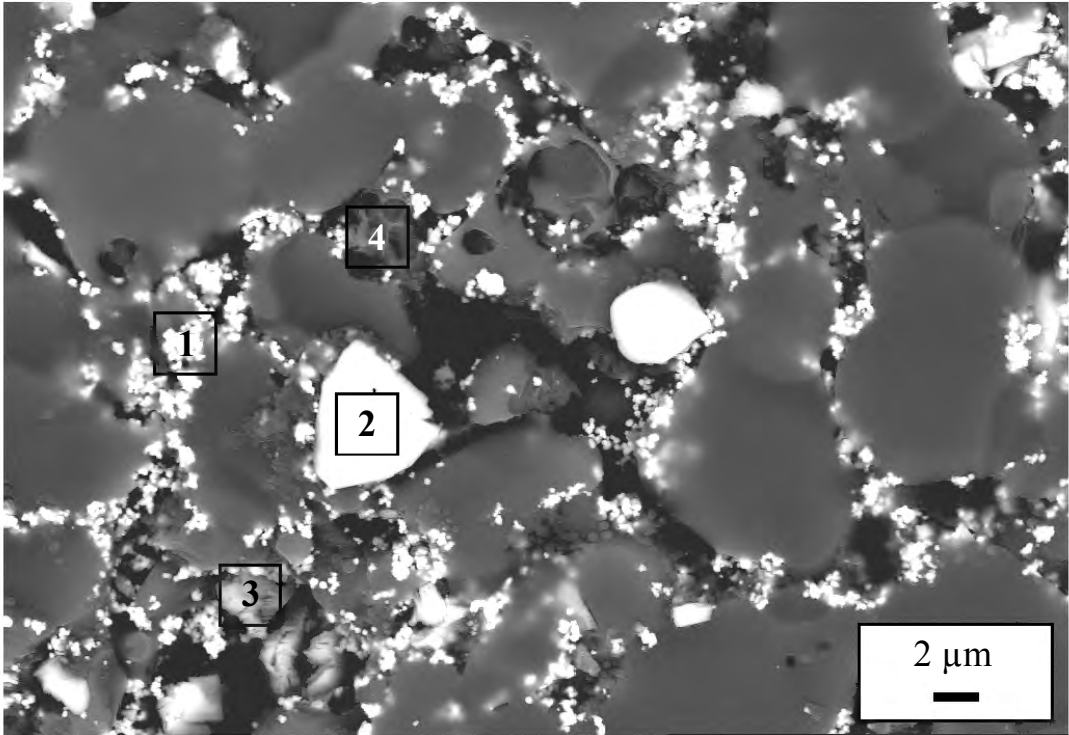
Şekil 9.45. Vita VM9 opak tabakasına ait SEM görüntüsü



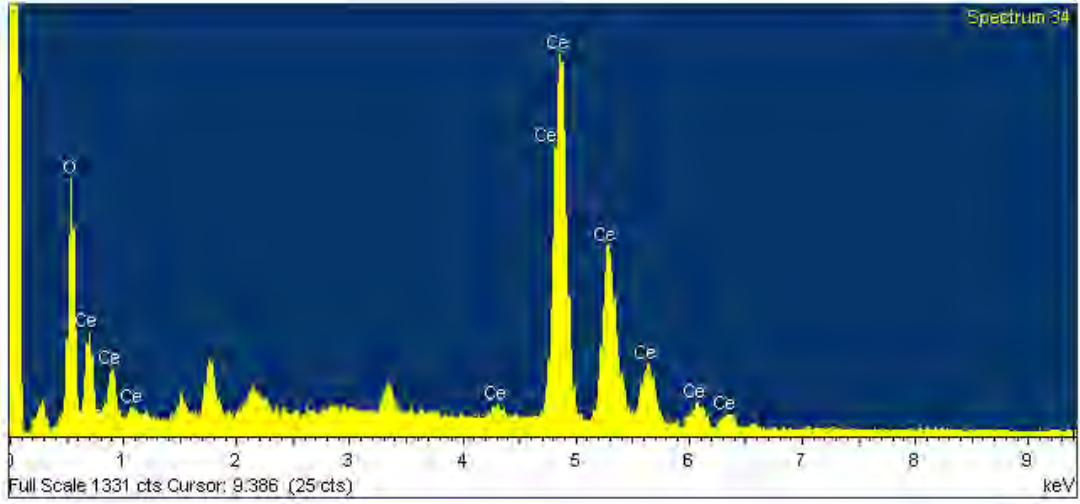
Şekil 9.46. Vita VM9 opak tabakasına ait SEM görüntüsü



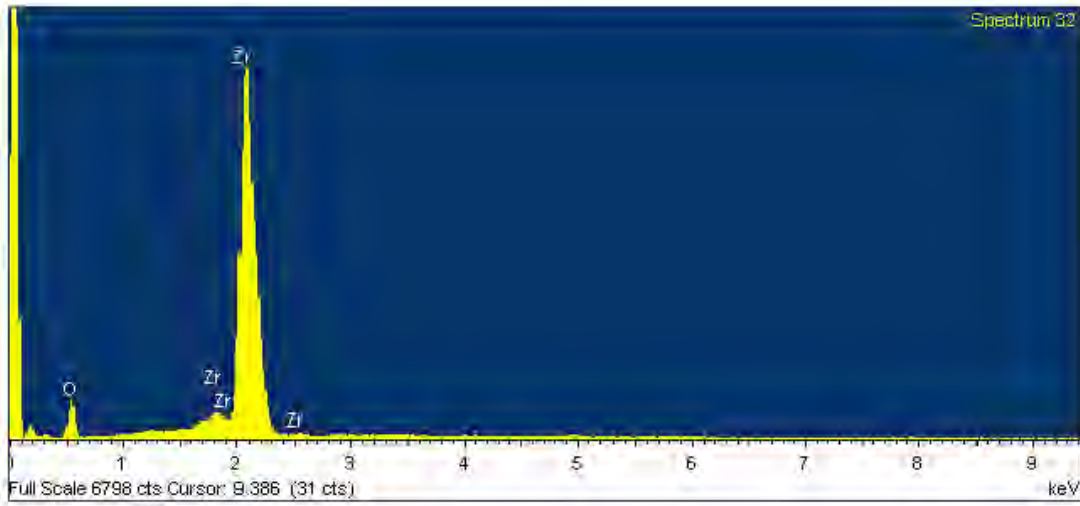
Şekil 9.47. Vita VM9 opak tabakasına ait SEM görüntüsü



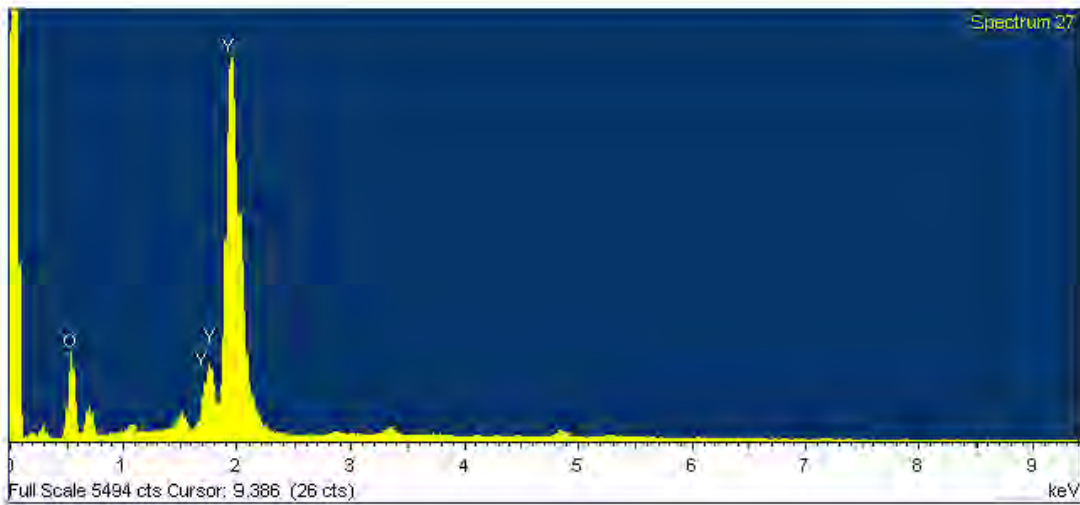
Şekil 9.48. Vita VM9 opak tabakasına ait SEM görüntüsü



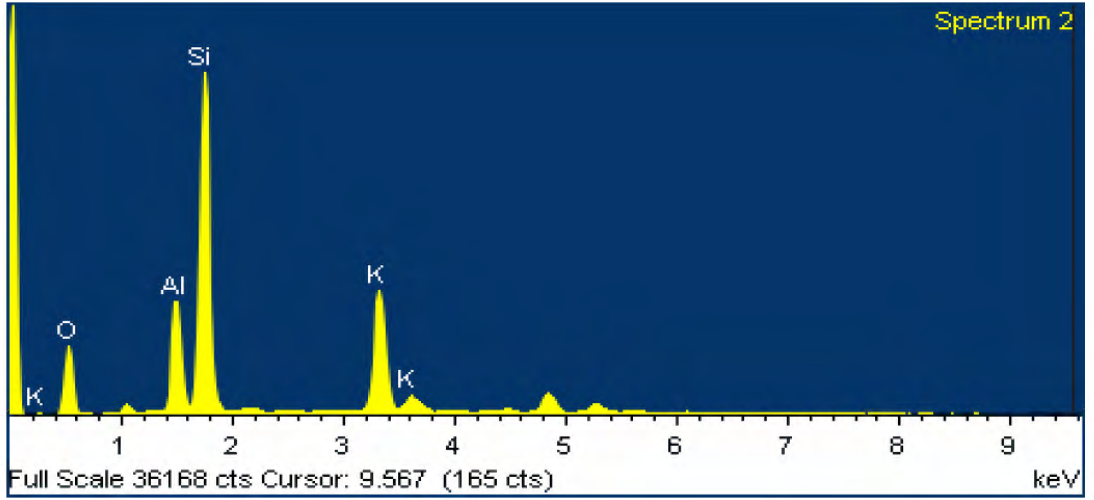
Şekil 9.49. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu



Şekil 9.50. 2 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

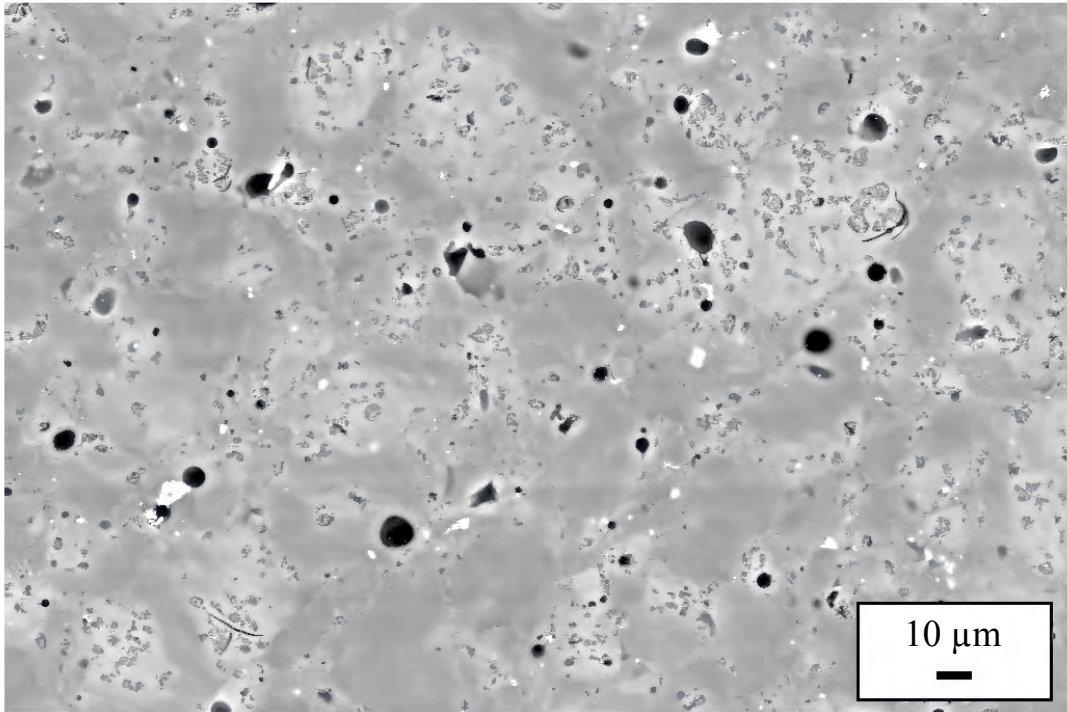


Şekil 9.51. 3 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu



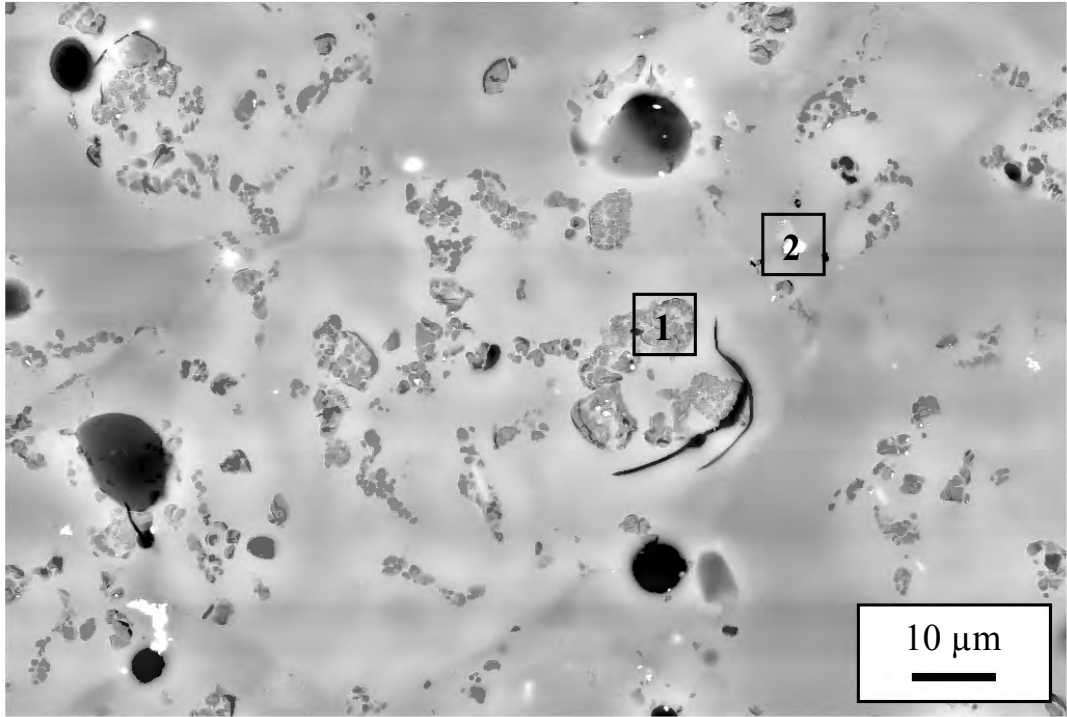
Şekil 9.52. 4 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

VM9 dentin porselenine ait SEM görüntüleri Şekil 9.53-9.56'de sunulmuştur. Düşük büyütmede alınan mikroyapı görüntüsü incelendiğinde camsı faz içinde homojen olarak dağılmış yüksek oranda gri ve az miktarda beyaz taneler göze çarpmaktadır.

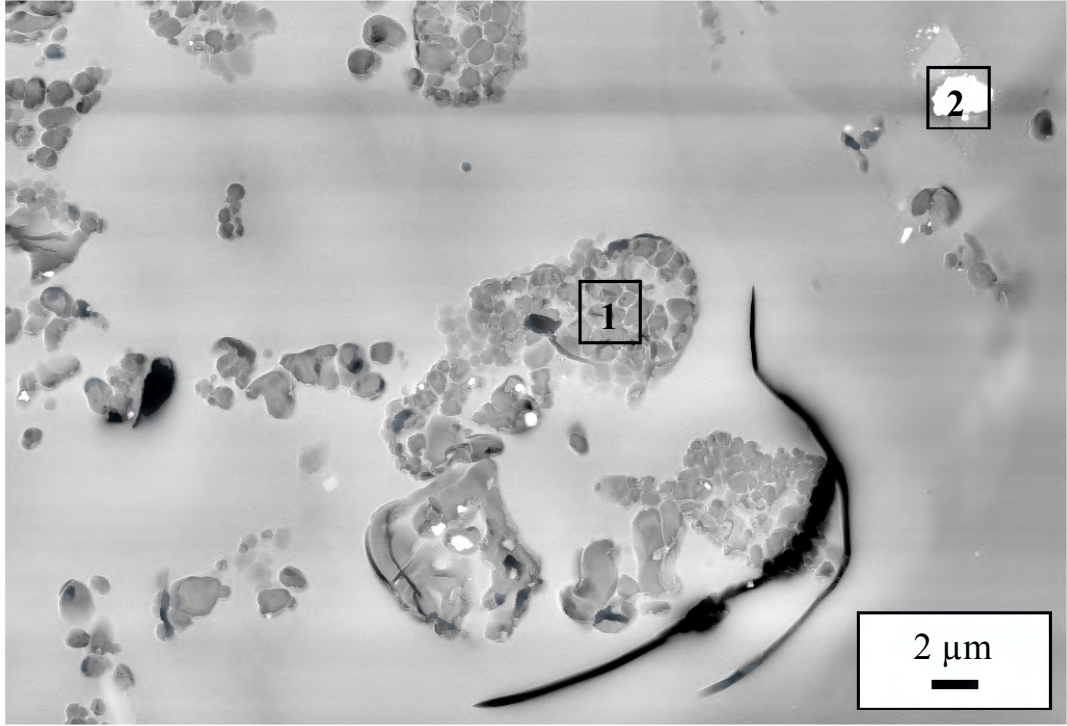


Şekil 9.53. Vita VM9 dentin tabakasına ait SEM görüntüsü

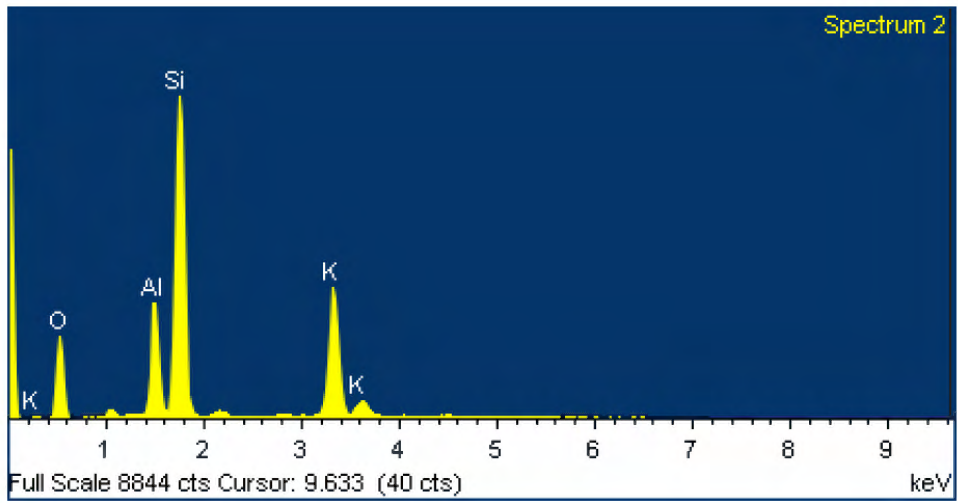
Söz konusu tanelerin EDX analizine (Şekil 9.56 ve 9.57) göre gri tanelerin (1) potasyum alüminyum silikat, beyaz olanların (2) ise zirkonyum silikattan meydana geldiği, sonuç olarak bu tanelerin XRD analiziyle tespit edilen lüsit ve zirkon kristallerine ait oldukları belirlenmiştir. Mevcut kristal fazlar haricinde mikro yapıda çatlaklar göze çarpmaktadır (Şekil 9.54 ve 9.55). Hemen hemen her lüsit kristalinin etrafında söz konusu çatlak oluşumu meydana gelmiştir.



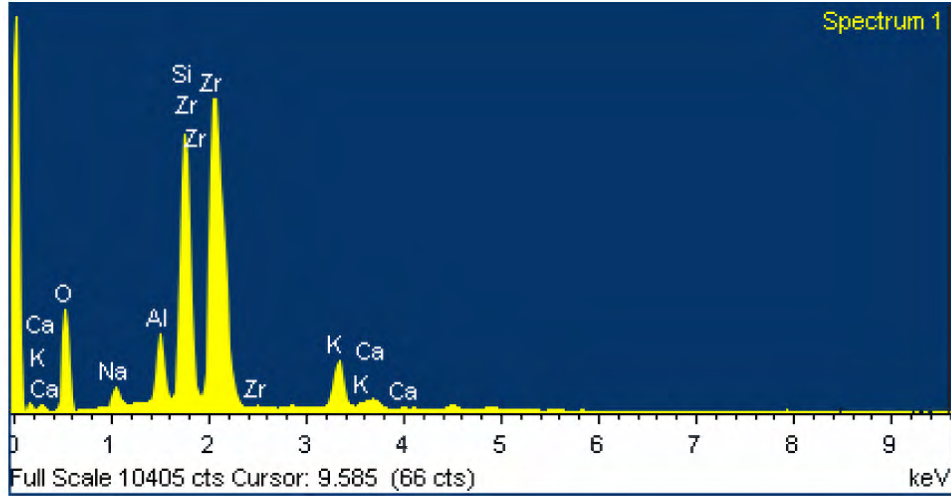
Şekil 9.54. Vita VM9 dentin tabakasına ait SEM görüntüsü



Şekil 9.55. Vita VM9 dentin tabakasına ait SEM görüntüsü

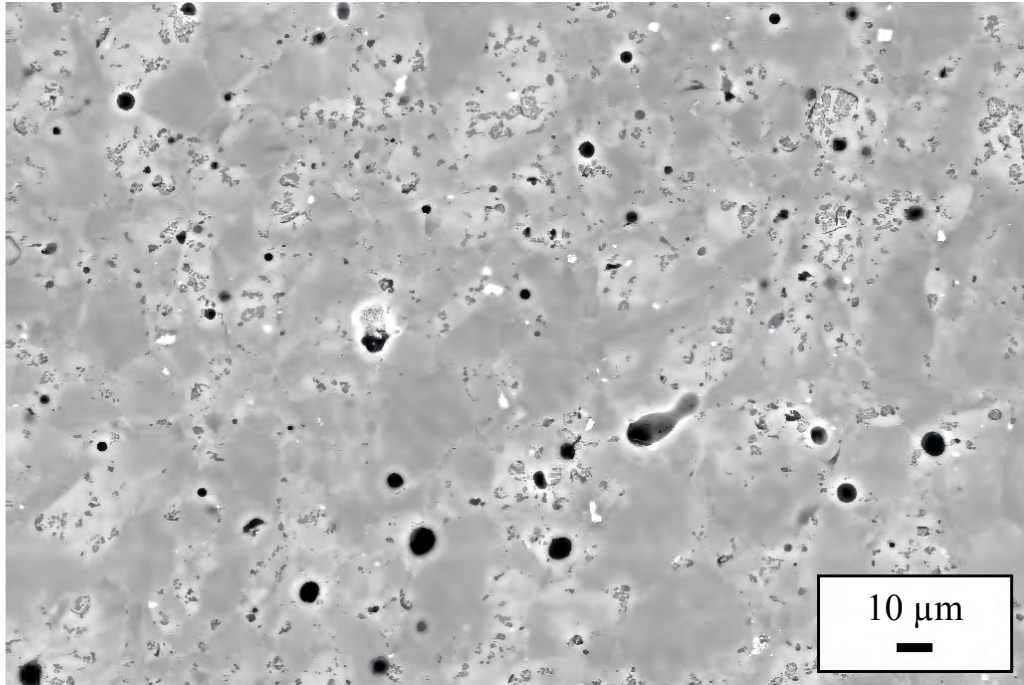


Şekil 9.56. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

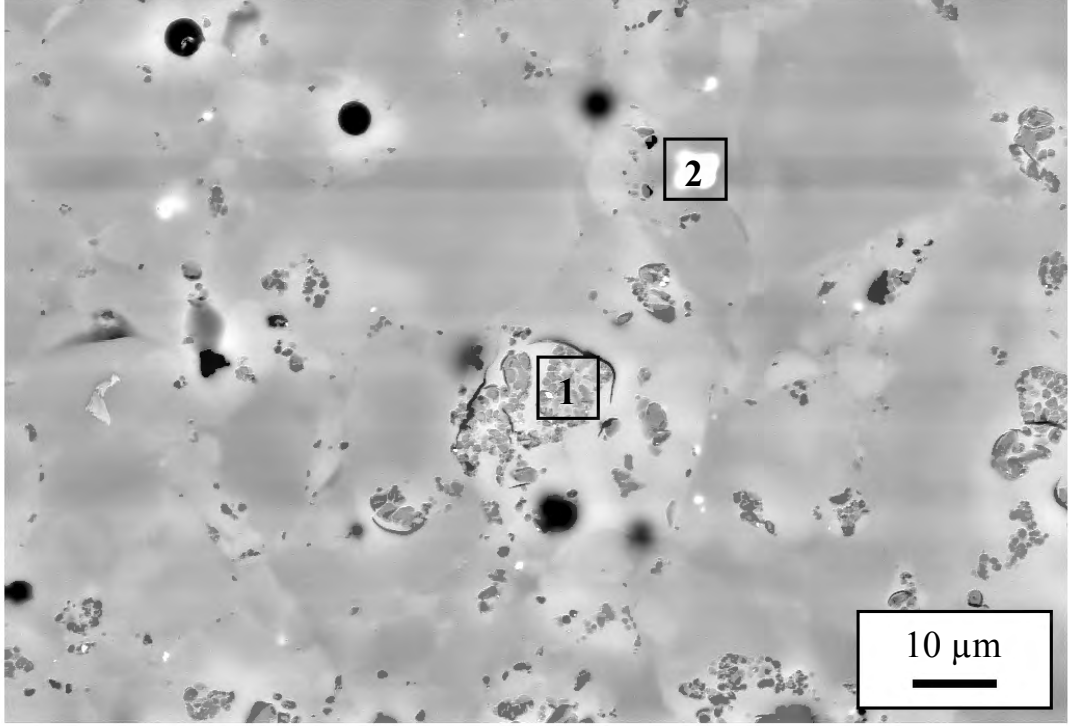


Şekil 9.57. 2 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

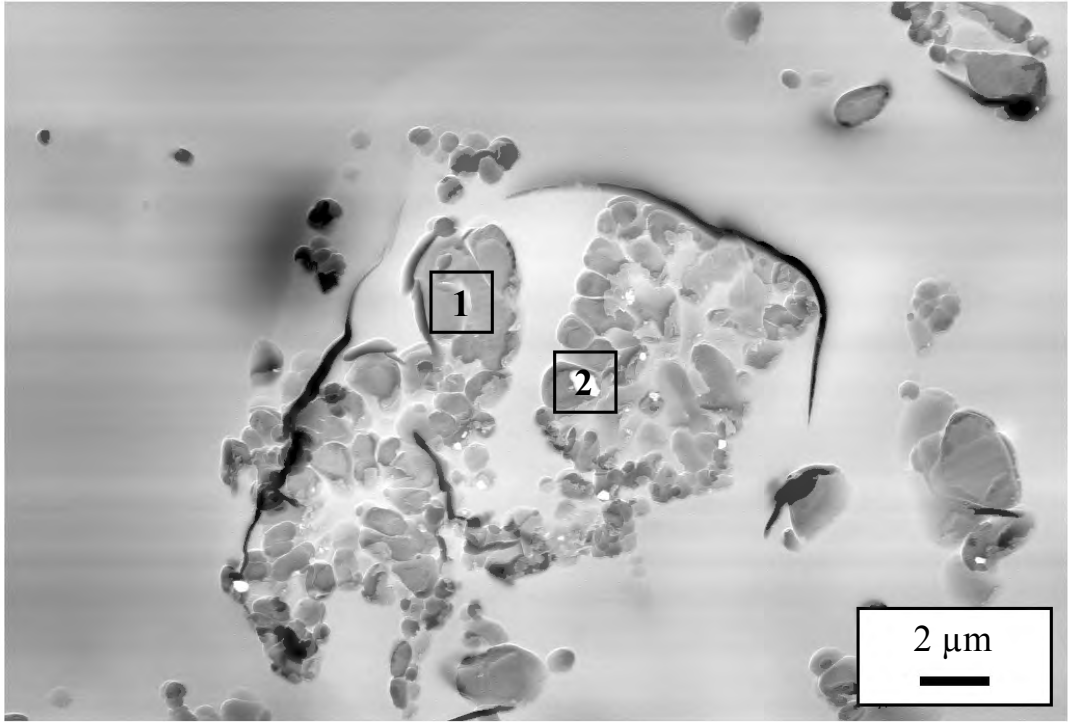
Vita VM mine porseleninin mikro yapısı dentin ile çok benzerdir (Şekil 9.58-9.60). Camsı faz içinde dağılmış olan kristallere yapılan EDX analizi sonucunun XRD analiziyle karşılaştırılmasından, ilgili tanelerin dentin porselenindeki gibi lüsit ve zirkon olduğu tespit edilmiştir (Şekil 9.61 ve 9.62).



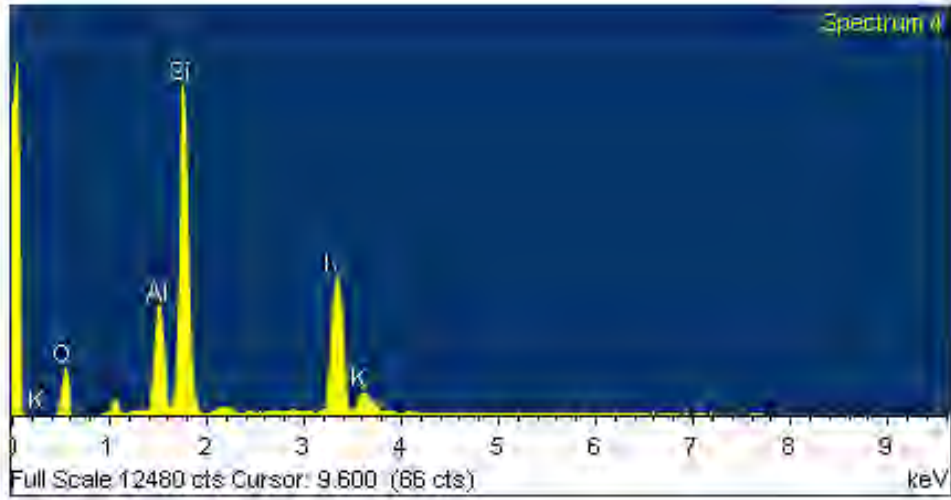
Şekil 9.58. Vita VM9 mine tabakasına ait SEM görüntüsü



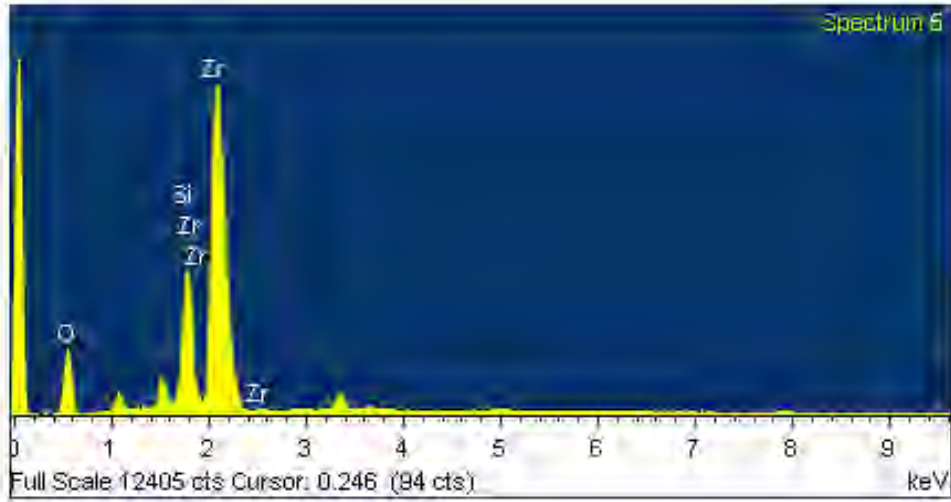
Şekil 9.59. Vita VM9 mine tabakasına ait SEM görüntüsü



Şekil 9.60. Vita VM9 mine tabakasına ait SEM görüntüsü



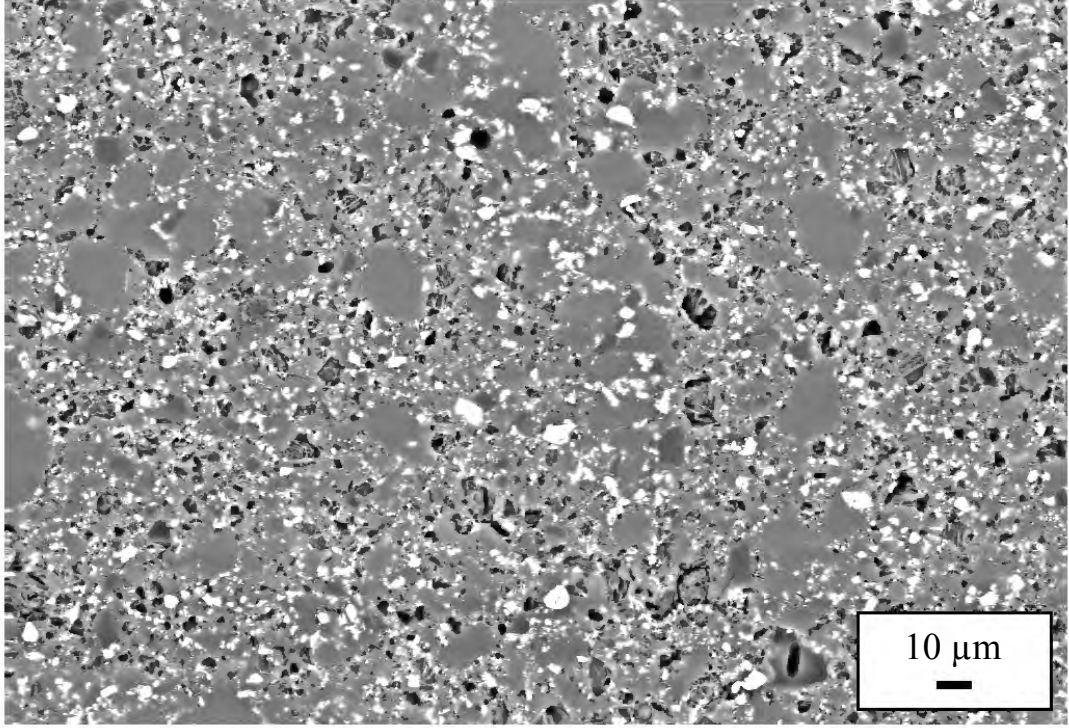
Şekil 9.61. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu



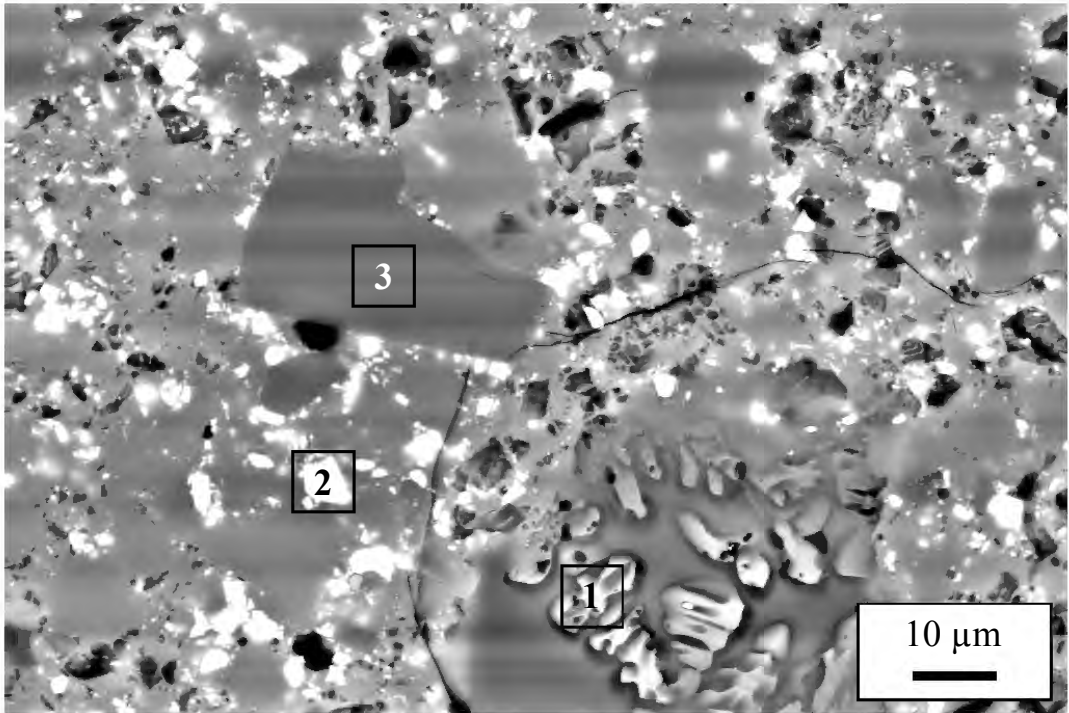
Şekil 9.62. 2 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

Şekil 9.60’de lüsit kristallerinin etrafında oluşan çatlak açık bir şekilde görülmektedir.

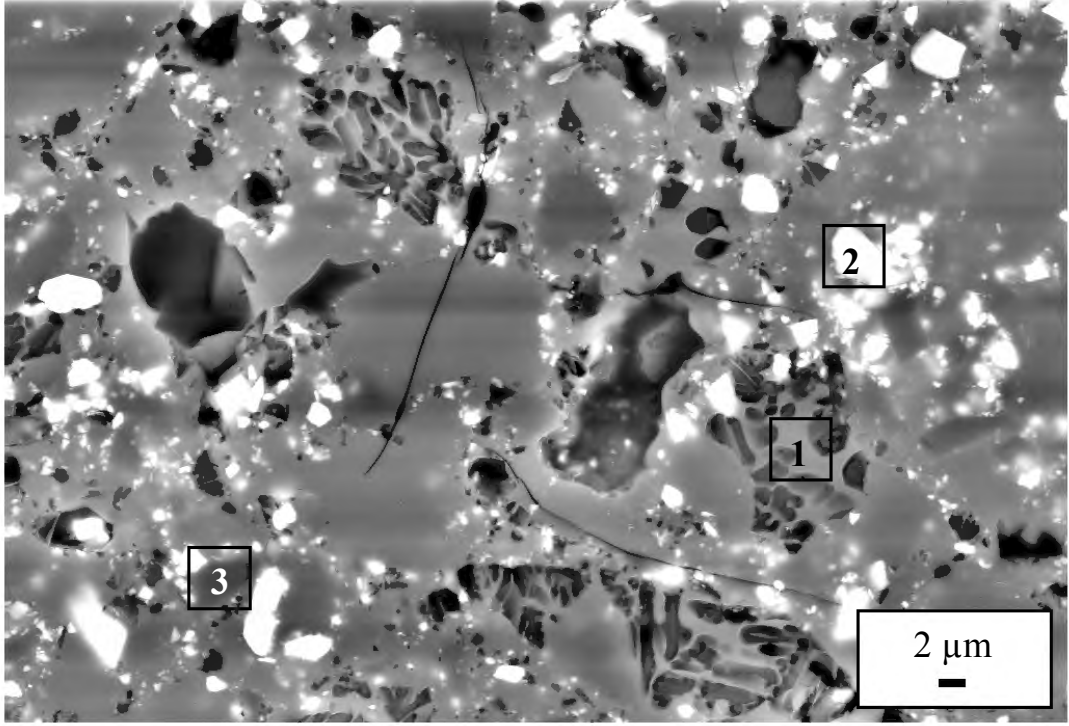
Noritake CZR opak tabakasına ait mikro yapı görüntüleri Şekil 9.63-9.65’de sunulmuştur. Düşük büyütmede alınan görüntüden (Şekil 9.63) yapıda bulunan beyaz tanelerin aglomere olmaksızın yüksek oranda homojen dağıldığı anlaşılmaktadır.



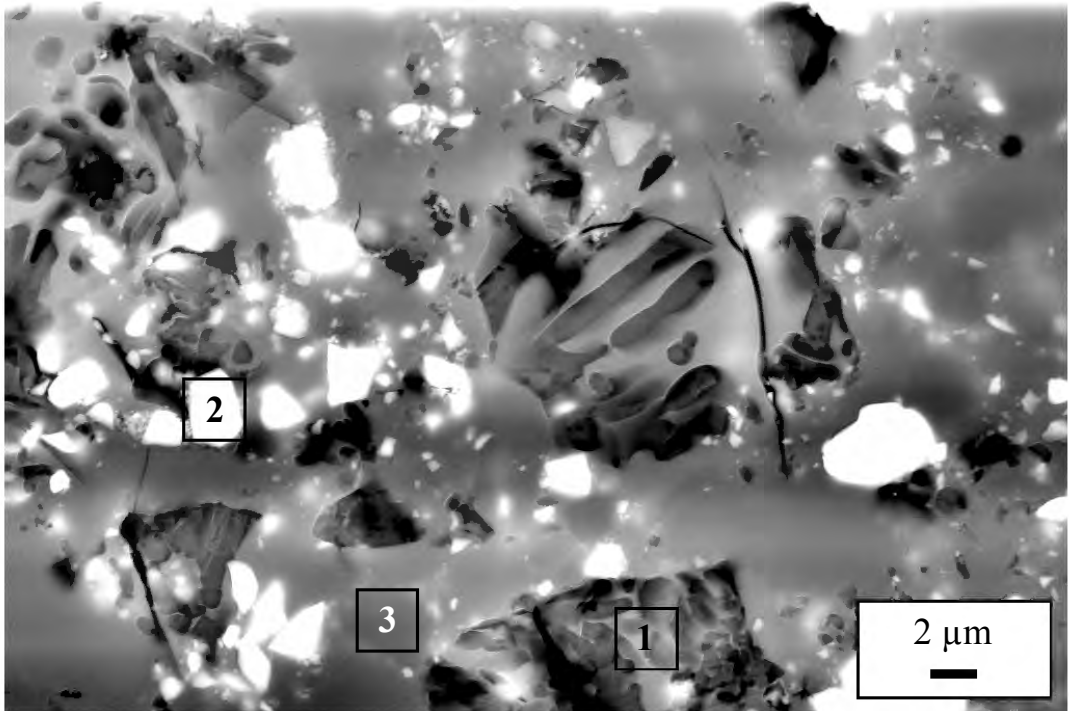
Şekil 9.63. Noritake CZR opak tabakasına ait SEM görüntüsü



Şekil 9.64. Noritake CZR opak porselenine ait SEM görüntüsü

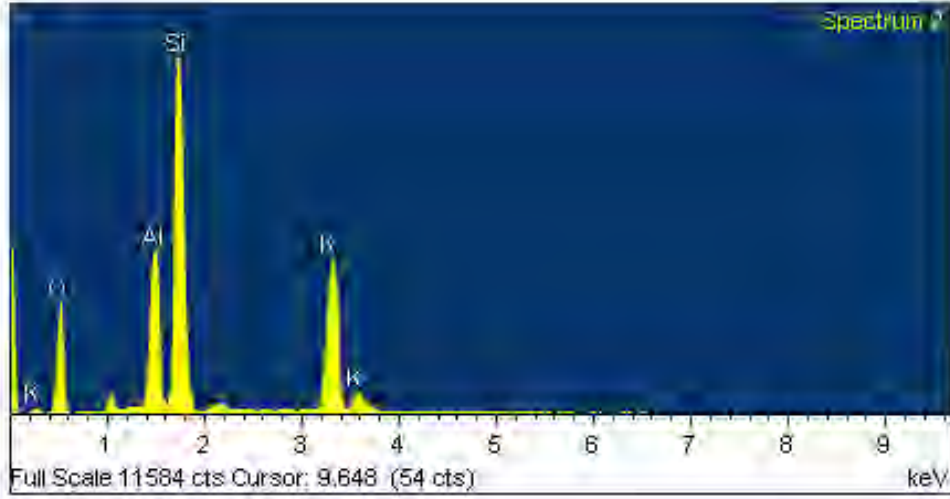


Şekil 9.65. Noritake CZR opak tabakasına ait SEM görüntüsü

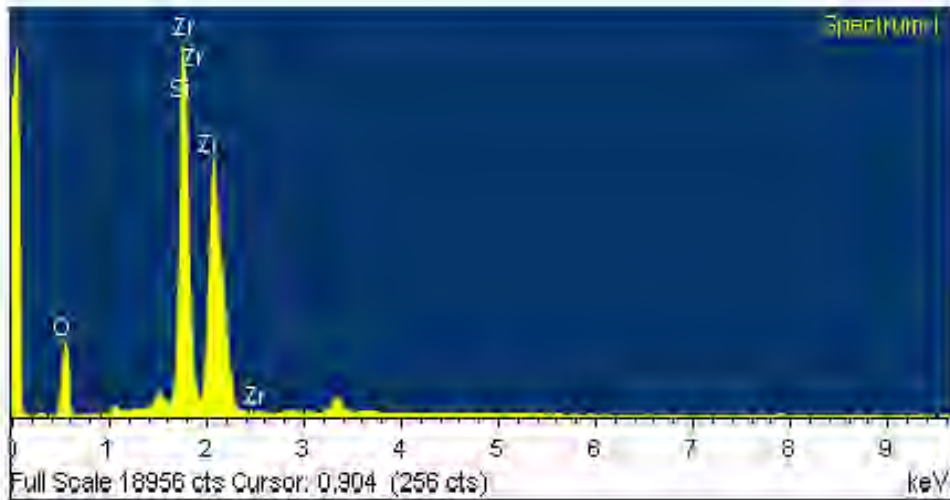


Şekil 9.66. Noritake CZR opak tabakasına ait SEM görüntüsü

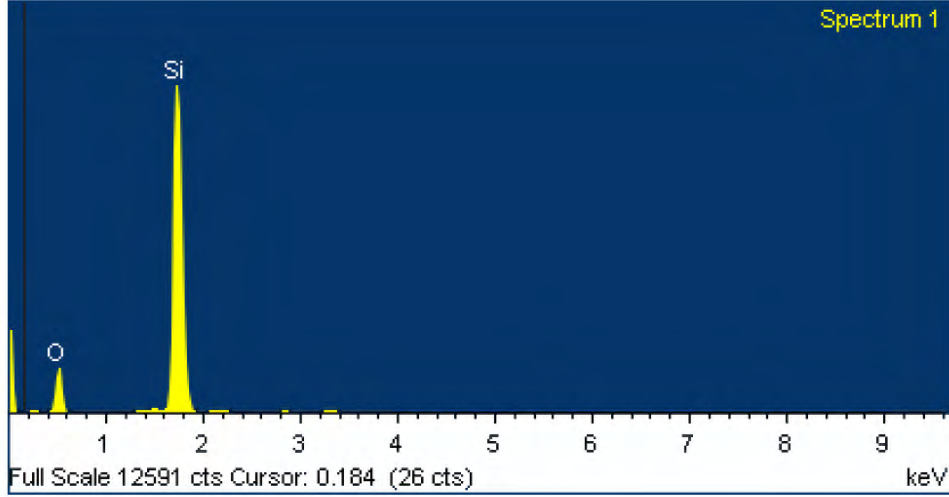
Tabaka daha yüksek büyütmede incelendiğinde (Şekil 9.64-9.66) beyaz tanelerin yanı sıra camsı yapı içerisinde açık ve koyu gri renkli fazların mevcut olduğu tespit edilmiştir. İlgili fazlara yapılan EDX analizi sonucu Vita VM9 dentin ve mine tabakasındaki gibi 1 kodlu tanenin potasyum alüminyum silikat, 2 numaralı tanenin zirkonyum silikat olduğu belirlenmiştir (Şekil 9.67-9.69). CZR opak tabakasinda bu fazlara ilave olarak 3 kodlu SiO_2 'nin de yapıda mevcut olduğu görülmüştür. Söz konusu sonuçlar XRD analizleri ile kombine bir şekilde incelendiğinde sırasıyla 1, 2 ve 3 numaralı kristaller lüsit, zirkon ve kristobalit olarak tanımlanmıştır.



Şekil 9.67. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu



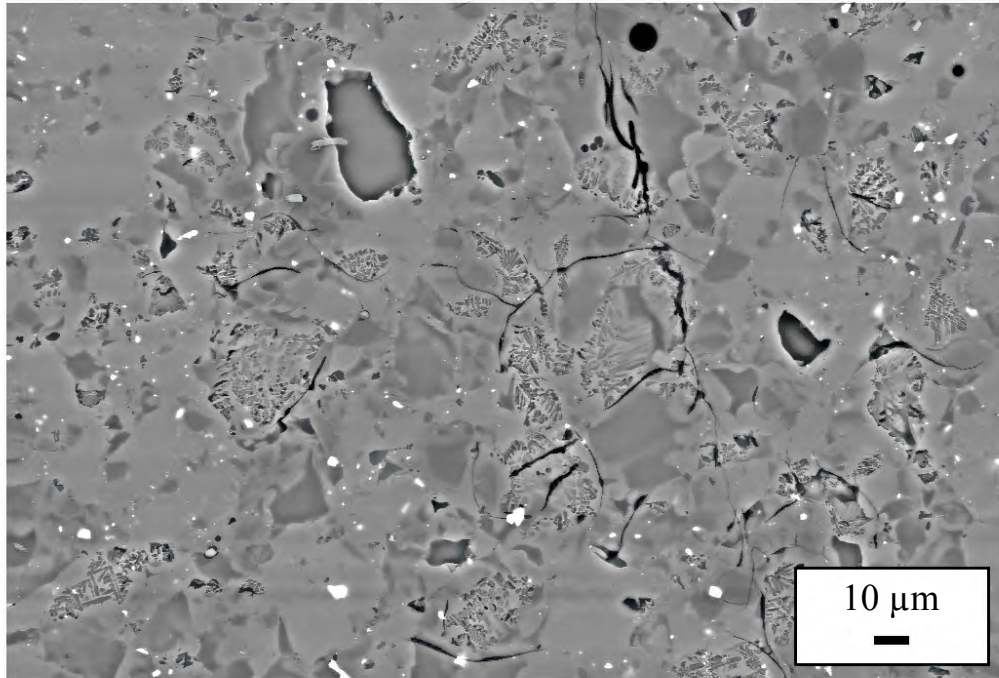
Şekil 9.68. 2 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu



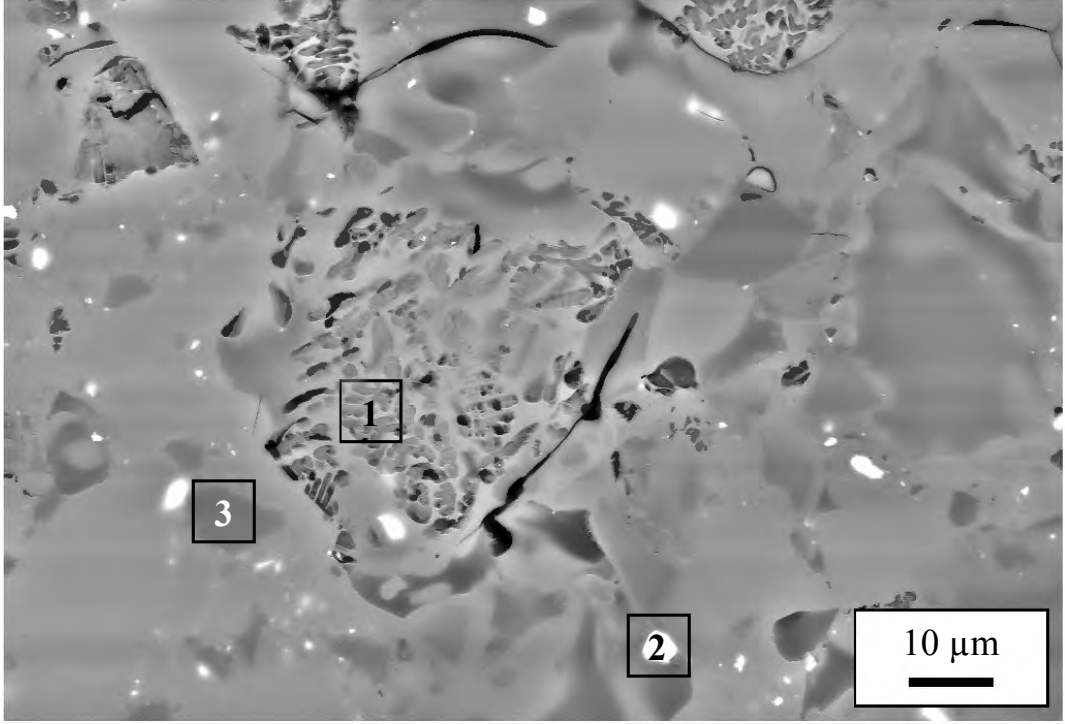
Şekil 9.69. 3 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

Yüksek büyütmede alınan mikro yapı görüntüleri tıpkı Vita VM9 tabakalarındaki gibi CZR opak tabakasında da lüsit kristallerinin çevresindeki çatlak oluşumlarını göstermektedir.

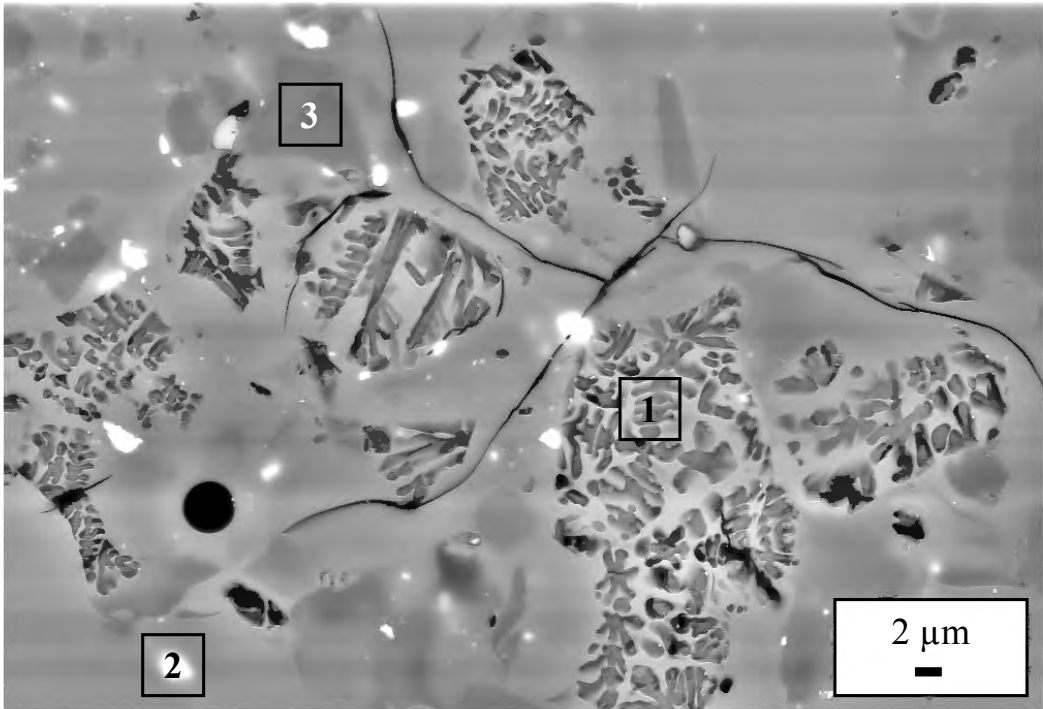
CZR dentin katmanının mikroyapı görüntüleri Şekil 9.70-9.73’de verilmiştir.



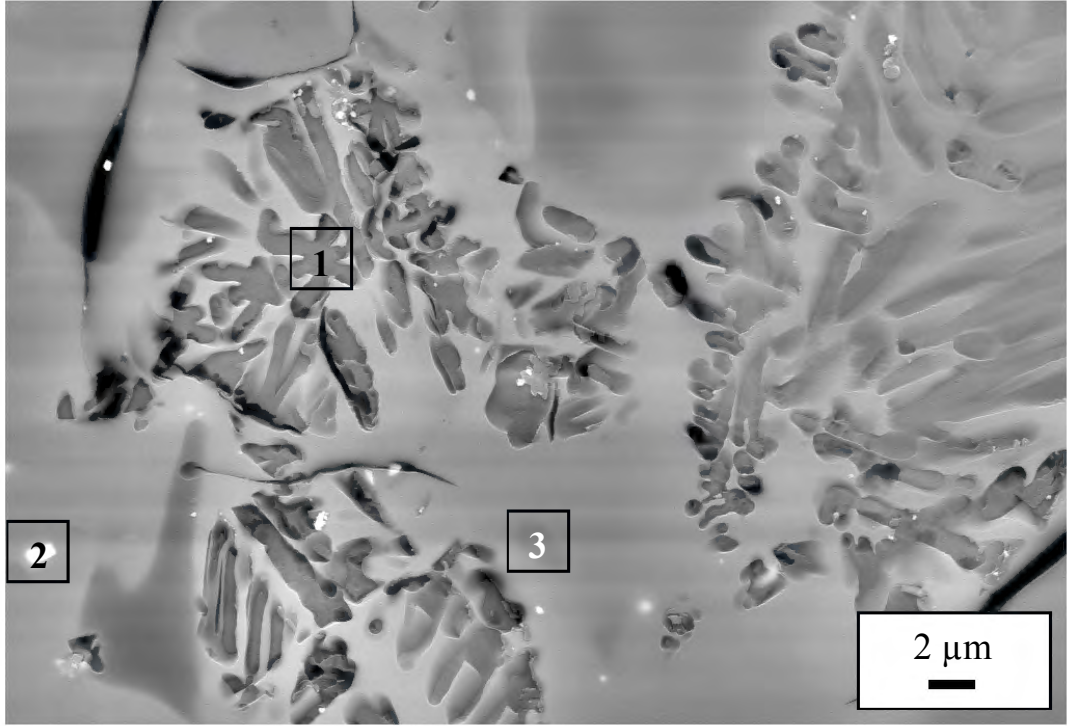
Şekil 9.70. Noritake CZR dentin katmanına ait SEM görüntüsü



Şekil 9.71. Noritake CZR dentin tabakasına ait SEM görüntüsü

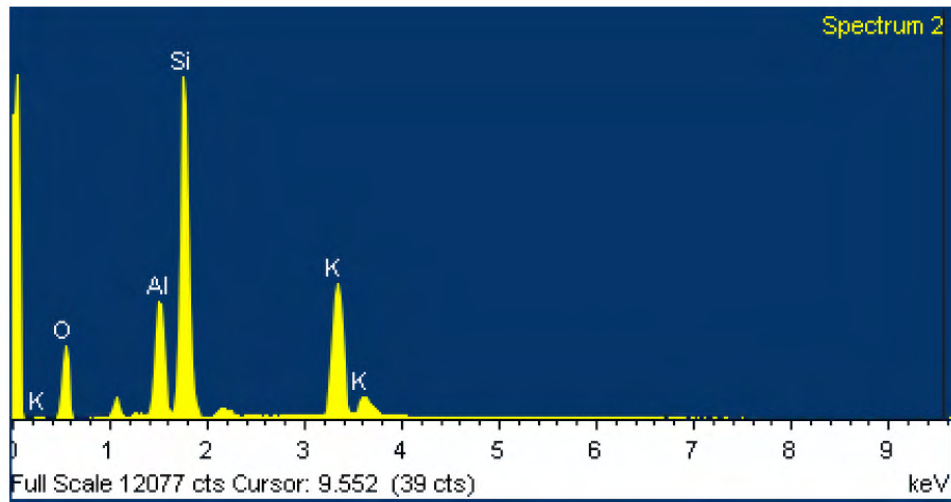


Şekil 9.72. Noritake CZR dentin tabakasına ait SEM görüntüsü

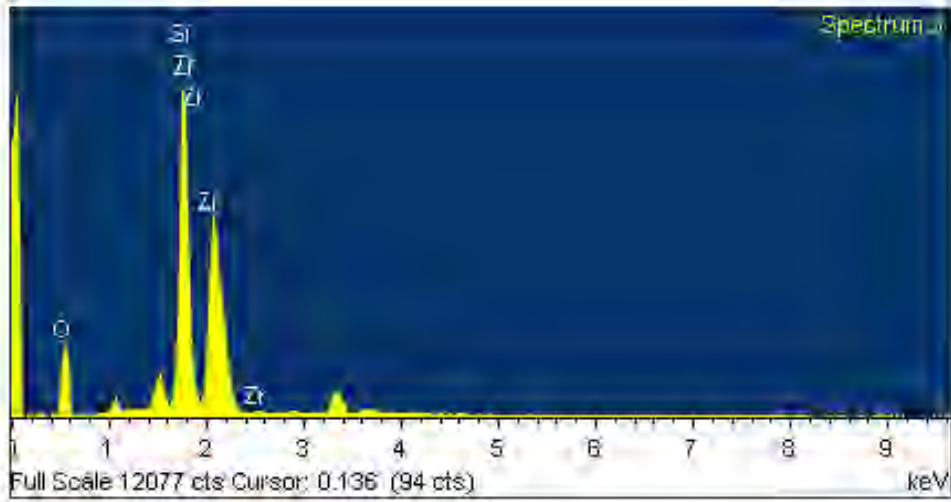


Şekil 9.73. Noritake CZR dentin katmanına ait SEM görüntüsü

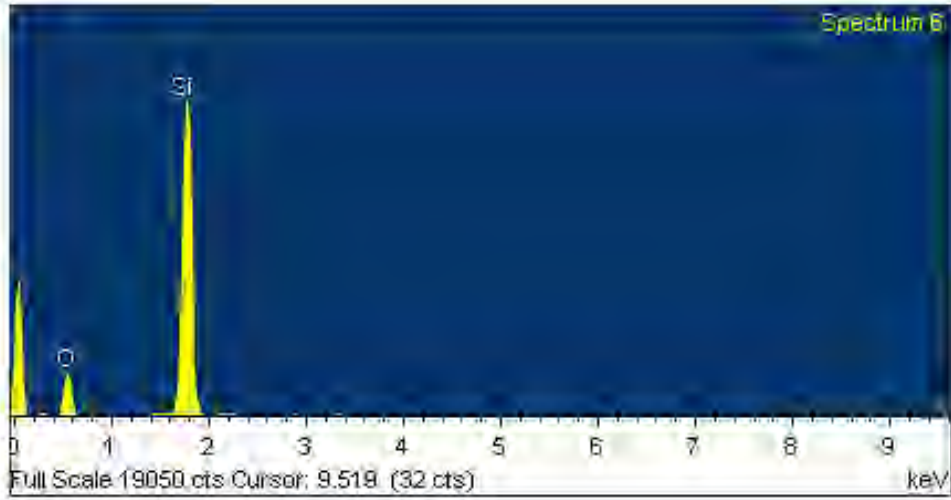
Mikroyapı görüntüsünde beyaz, açık gri ve koyu gri bölgeler göze çarpmaktadır. Söz konusu tanelerden alınan EDX analizi sonuçları Şekil 9.74-9.76’da sunulmuştur.



Şekil 9.74. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu



Şekil 9.75. 2 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

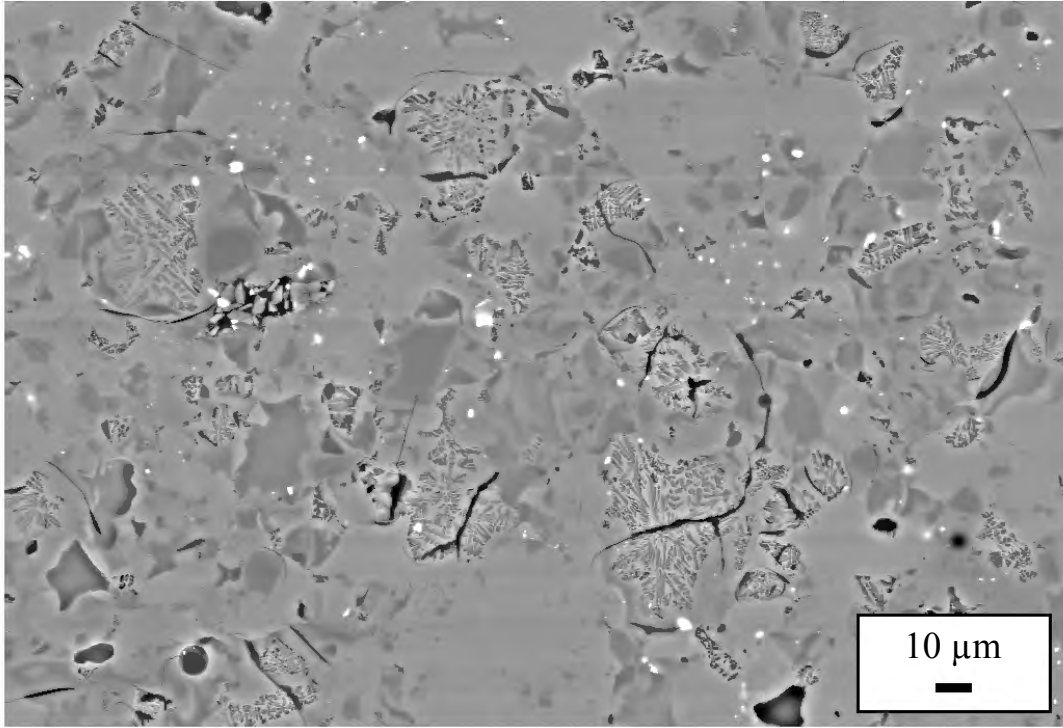


Şekil 9.76. 3 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

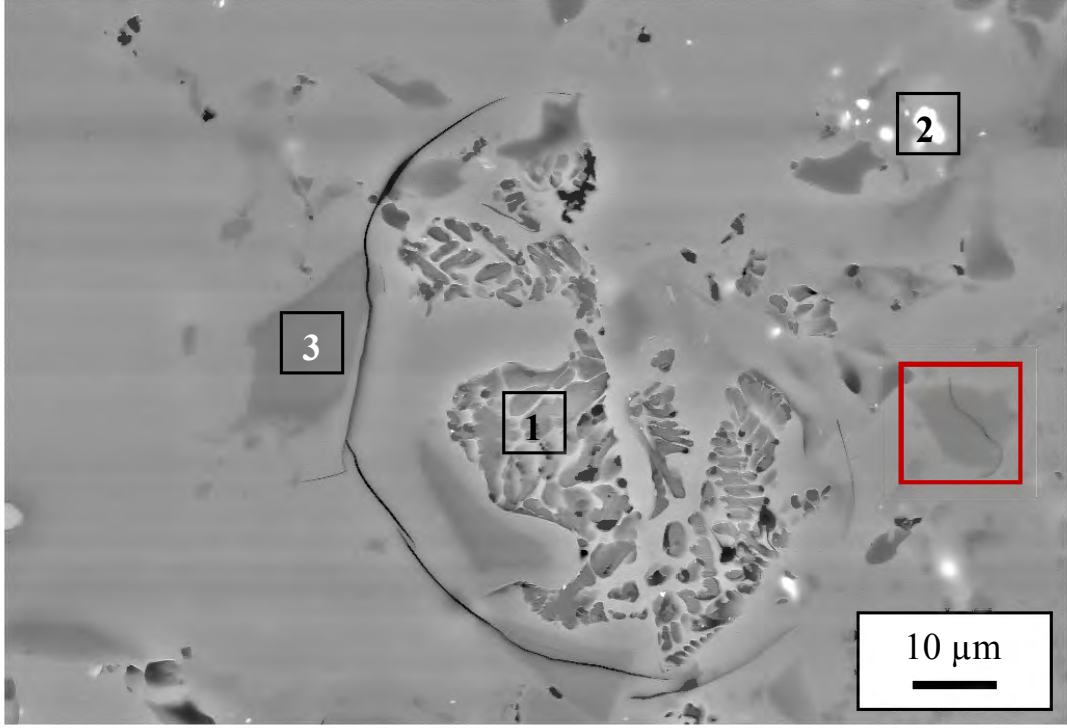
Analiz sonucunda opak tabakasına benzer olarak 1 numaralı koyu tanelerin K_2O , Al_2O_3 , SiO_2 ; 2 kodlu tanenin ZrO_2 , SiO_2 ve 3 nolu tanenin ise sadece SiO_2 'den oluştuğu ortaya çıkmıştır (Şekil 9.74 ve 9.75). Sonuç olarak söz konusu taneler XRD analizinde tespit edilen lüsit, zirkon ve kristobalit kristallerine aittir. Noritake CZR dentin tabakasının mikro yapısı Vita VM9'unki ile karşılaştırıldığında (Şekil 9.54 ve 9.71), her iki tabakada da lüsit kristalleri olmasına rağmen VM9'dakilerin çok daha az ve kristal boyutlarının küçük olduğu ortaya çıkmaktadır. Tabakalar, yapılarında meydana gelen çatlaklar bakımından kıyaslandığında, daha az ve küçük lüsit kristallerine sahip VM9'da söz konusu

hata boyutlarının daha küçük ve sayısının daha az olduğu aşikârdır (Şekil 9.53 ve 9.70).

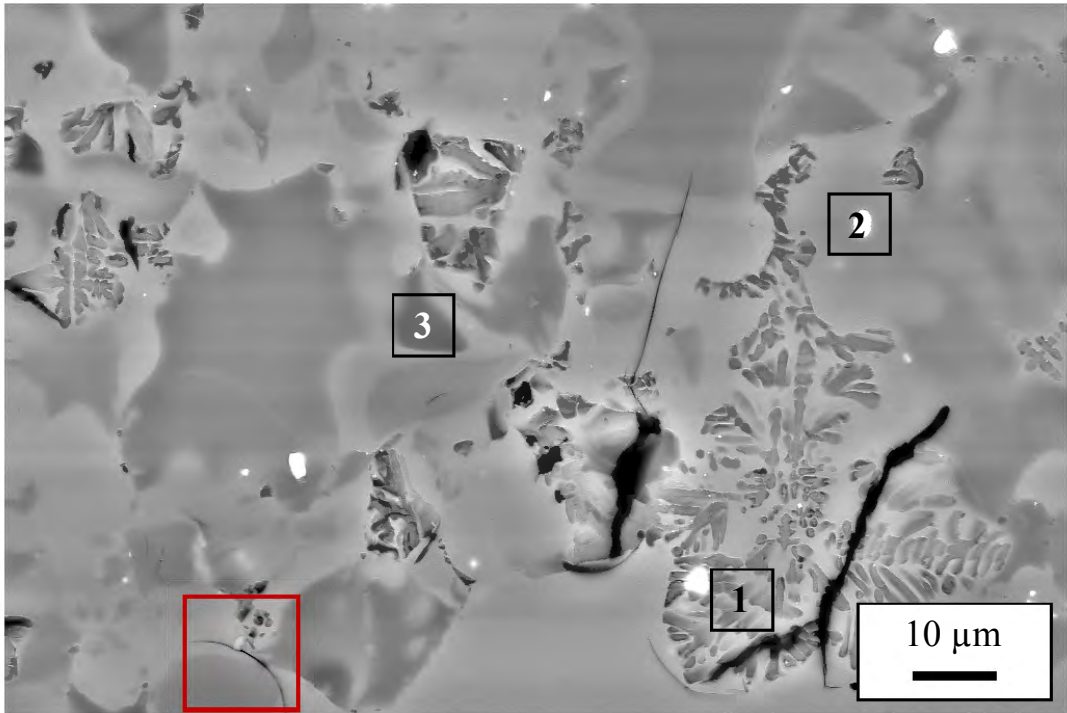
Noritake CZR mine tabakası yapıdaki taneler ve dağılımları açısından dentin ile tamamen benzerdir (Şekil 9.70 ve 9.77). Gerçekleştirilen EDX (Şekil 9.80-9.82) ve XRD analizi sonuçlarından ilgili tanelerin dentin tabakasındaki gibi lüsit, zirkon ve kristobalit olduğu tespit edilmiştir. CZR mine tabakasının mikro yapısı VM9'unki ile kıyaslandığında (Şekil 9.58 ve 9.77), CZR ve VM9 dentin tabakalarının karşılaştırılması ile edilen sonuçlarla benzer bir sonuç ortaya çıkmaktadır. Bunlara ilave olarak CZR tabakalarında yüksek α değerine sahip kristobalit kullanımının, bu kristal ile camsı yapı arasındaki ısı genleşme katsayısı farklılığından dolayı çatlak oluşumlarına yol açtığı tespit edilmiş ve ilgili hatalar Şekil 9.78 ve 9.79'da işaretlenmiştir.



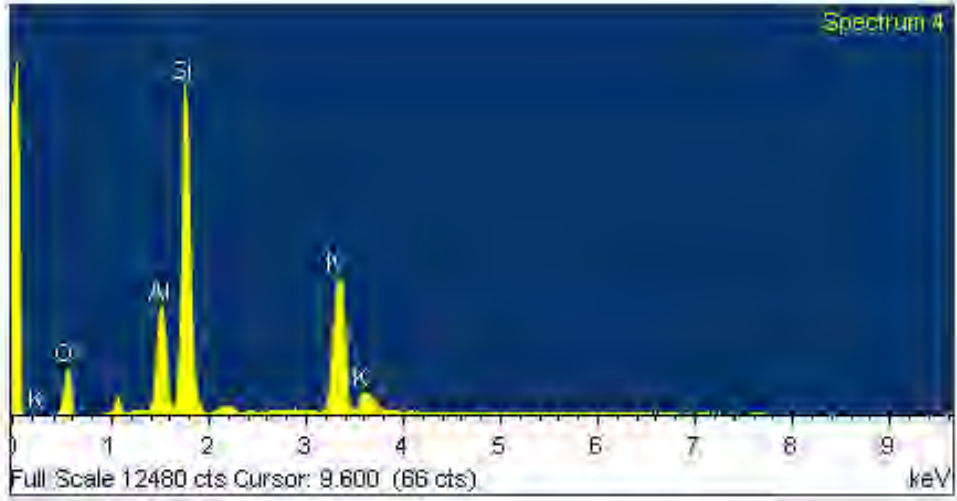
Şekil 9.77. Noritake CZR mine tabakasına ait SEM görüntüsü



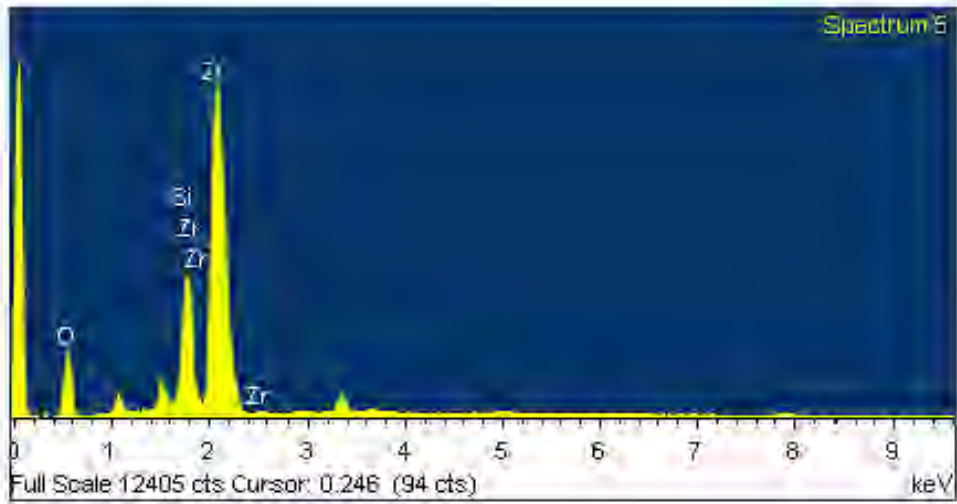
Şekil 9.78. Noritake CZR mine tabakasına ait SEM görüntüsü



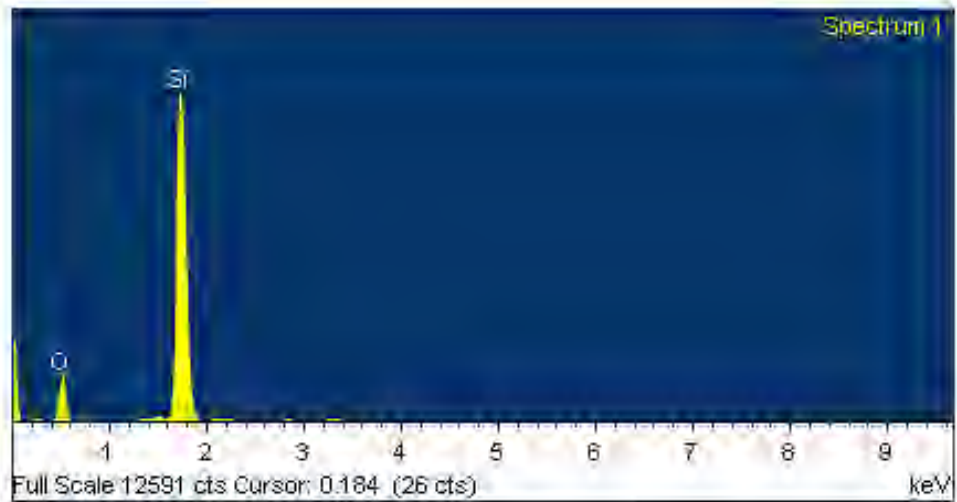
Şekil 9.79. Noritake CZR mine tabakasına ait SEM görüntüsü



Şekil 9.80. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

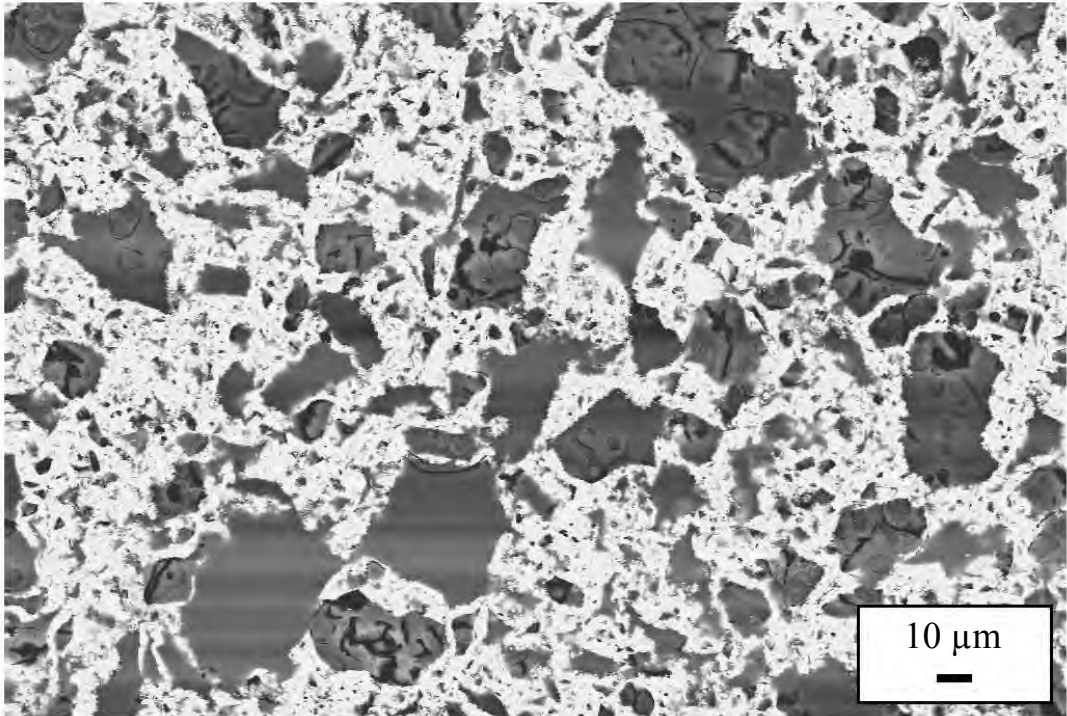


Şekil 9.81. 2 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

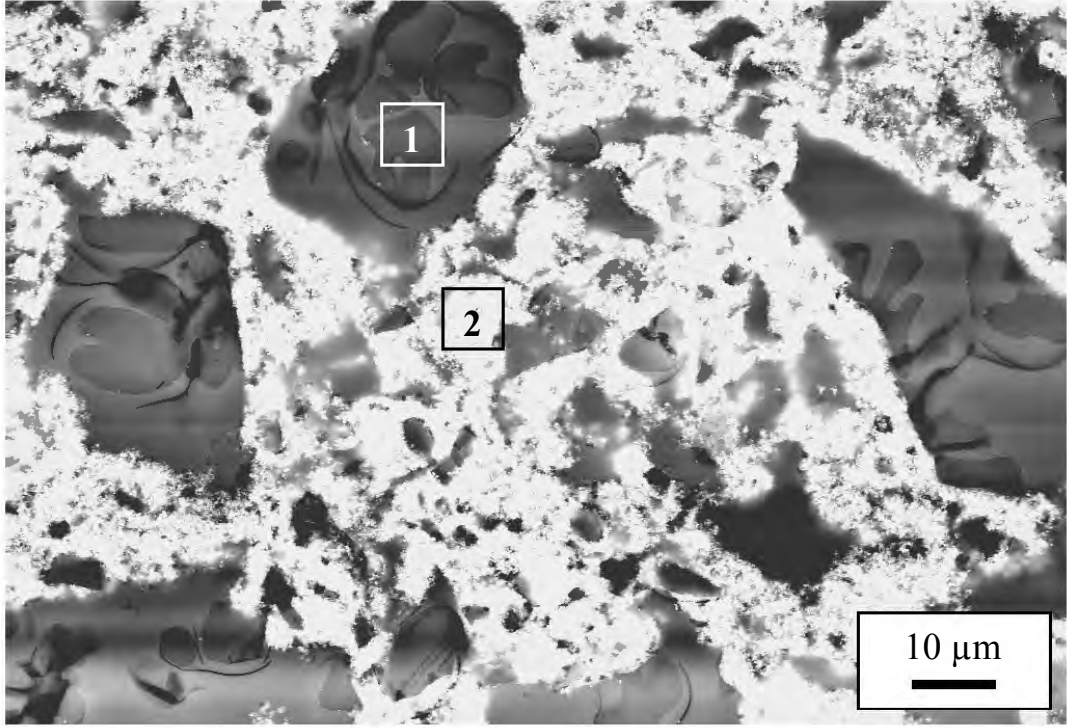


Şekil 9.82. 3 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

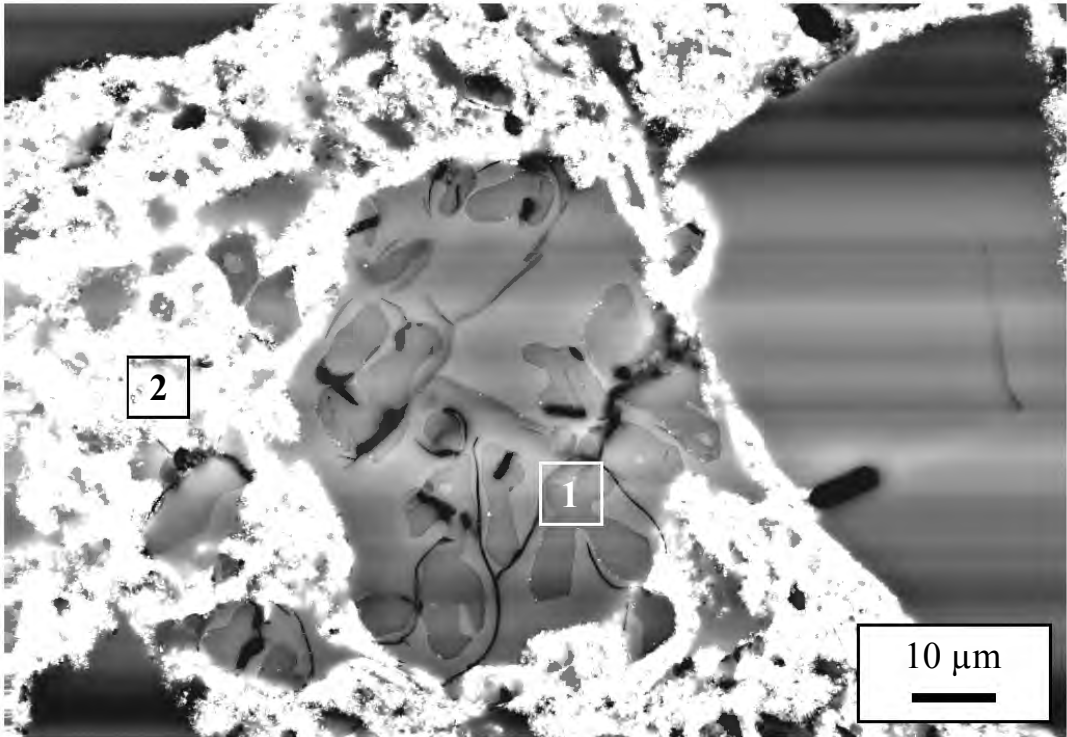
Çalışmada üretilen P.L.27 kodlu opak katmana ait mikroyapı görüntüleri Şekil 9.83-9.86'de verilmiştir. Ticari opak tabakalarına benzer biçimde sistemde beyaz ve gri olmak üzere iki farklı faz yer almaktadır. Yüksek büyütmede elde edilen görüntülerde oldukça küçük tane boyutuna sahip aglomere durumdaki beyaz taneler ve camsı yapı içinde yer alan gri taneler daha açık bir şekilde görülmektedir (Şekil 9.84 ve 9.85). Söz konusu tanelerin EDX analizi sonuçları Şekil 9.86 ve 9.87'den takip edilebilir. EDX analizi sonuçlarından 1 kodlu tanenin bileşiminde K_2O , Al_2O_3 , SiO_2 , 2 kodlunun ise SnO_2 , TiO_2 , ZrO_2 ve Y_2O_3 bulunduğu belirlenmiştir. Sonuçlar, tabakaya ait XRD analizi ile birlikte yorumlandığında, 1 numaralı tanenin lüsit, 2 kodlu aglomere tanelerin ise opaklaştırıcı kalay oksit, titanyum oksit ve yitriya ile yarı kararlı hale getirilmiş zirkonyum oksit olduğu görülmektedir. Mikroyapı ticari opak tabakalar ile karşılaştırıldığında, P.L27 porseleninde daha fazla opaklaştırıcı kullanıldığı görülmektedir. Ayrıca, sisteme ısıl genleşme katsayısını yükseltmek amacıyla katılan lüsit kristali tane boyutunun ticari porselenlerde kullanılanlardan daha büyük olduğu anlaşılmaktadır.



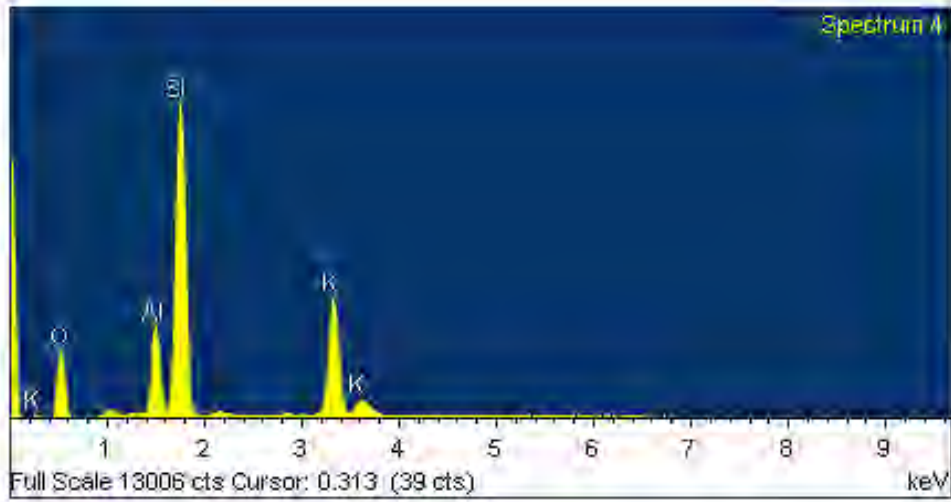
Şekil 9.83. P.L27 kodlu opak tabakasına ait SEM görüntüsü



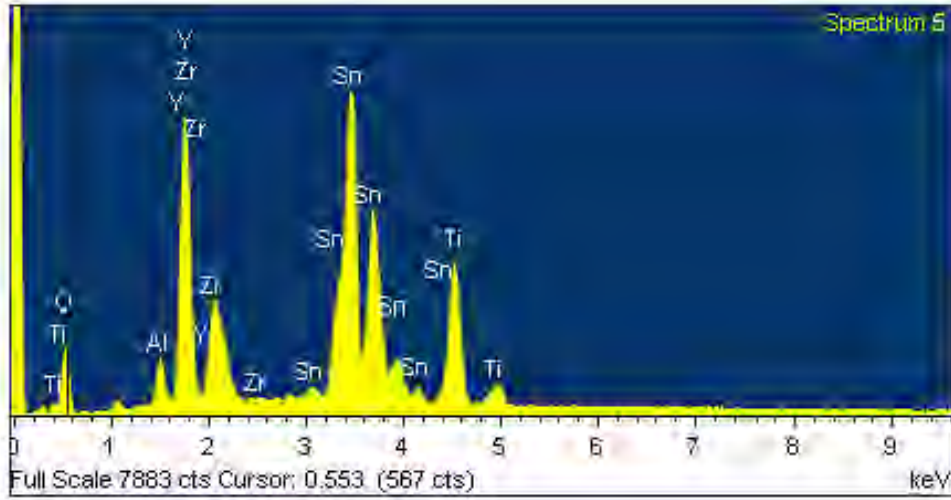
Şekil 9.84. P.L27 kodlu opak tabakasına ait SEM görüntüsü



Şekil 9.85. P.L27 kodlu opak tabakasına ait SEM görüntüsü



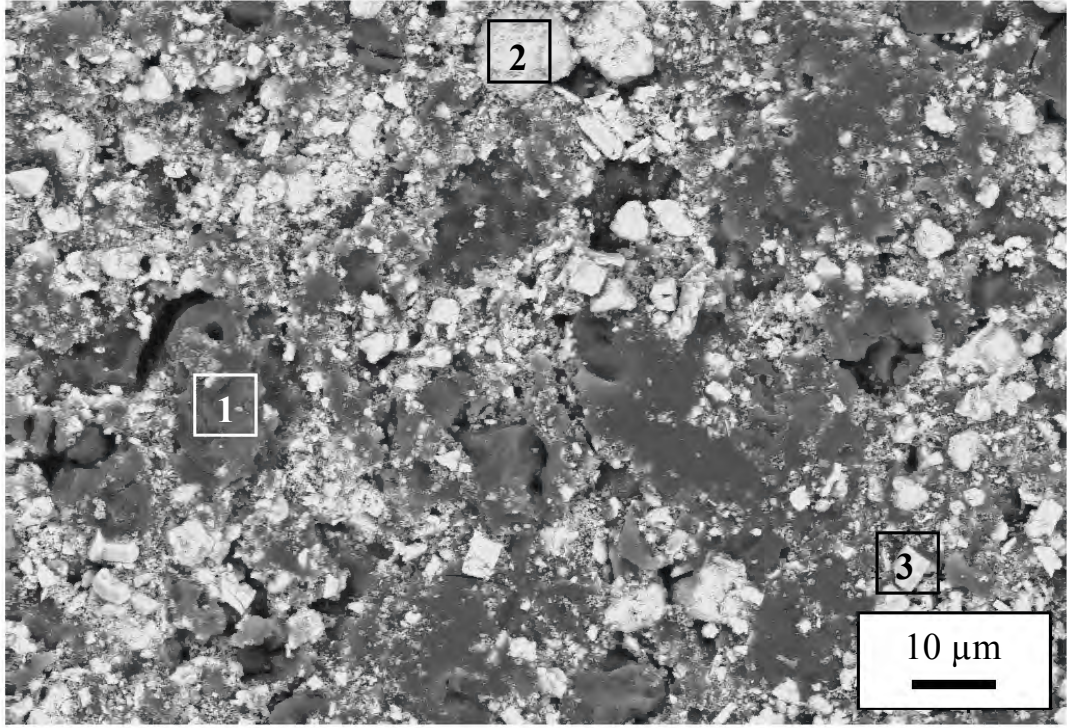
Şekil 9.86. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu



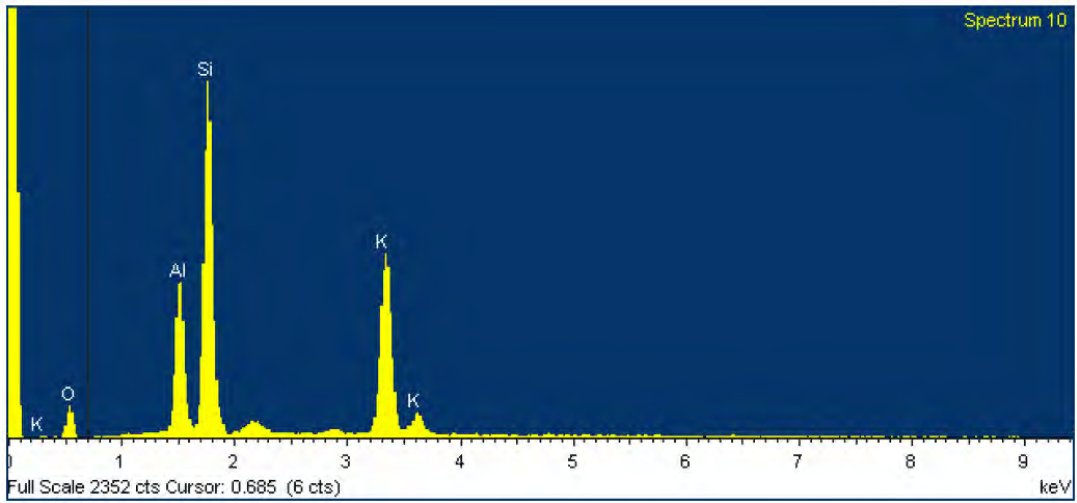
Şekil 9.87. 2 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

Kullanılan lüsitin tane boyutunun düşürülmesi, çevresinde oluşacak çatlağın azaltılması ve dolayısıyla, mekanik özelliklerin iyileştirilmesi açısından faydalı olabilir.

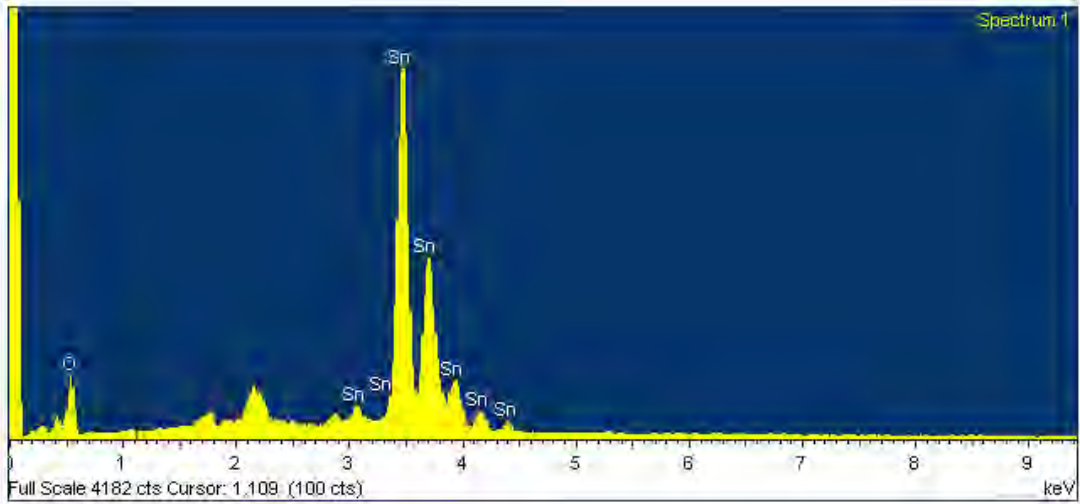
Çalışmada P.L27'ye alternatif olarak geliştirilen Z-Opak kodlu katmanın görüntüsü incelendiğinde (Şekil 9.88) yapıda iki farklı beyaz tanenin bulunduğu ve meydana gelen aglomerelerin daha büyük olduğu görülmektedir. Sistemde bulunan tanelerden alınan EDX ve tabakaya ait XRD analizi sonuçlarına göre (Şekil 9.89 ve 9.90) 1 numaralı tanenin lüsit, 2 nolu aglomere bölgenin kalay oksit ve 3 kodlu tanenin ise sistemde titanyum oksit yerine opaklaştırıcı olarak kullanılan seryum oksite ait olduğu belirlenmiştir.



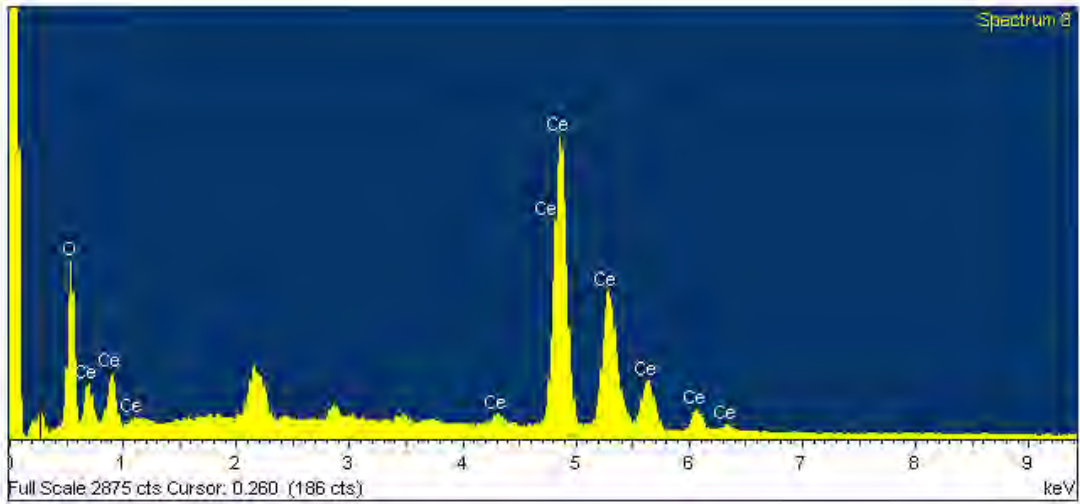
Şekil 9.88. Z-Opak kodlu opak tabakaya ait SEM görüntüsü



Şekil 9.89. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

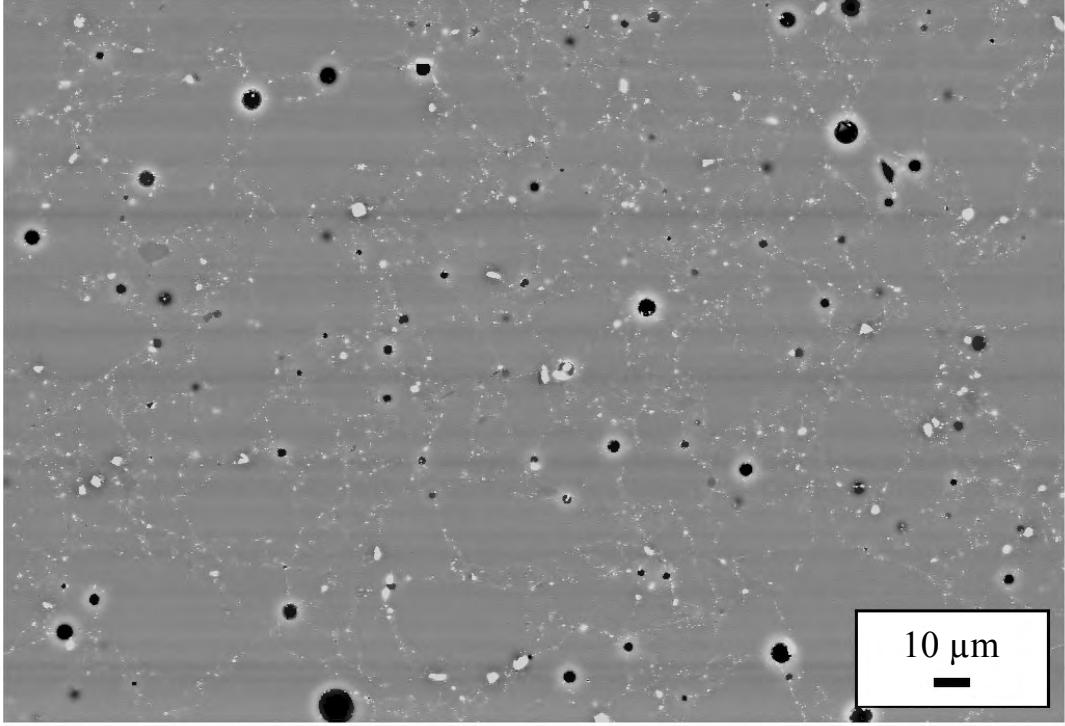


Şekil 9.90. 2 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

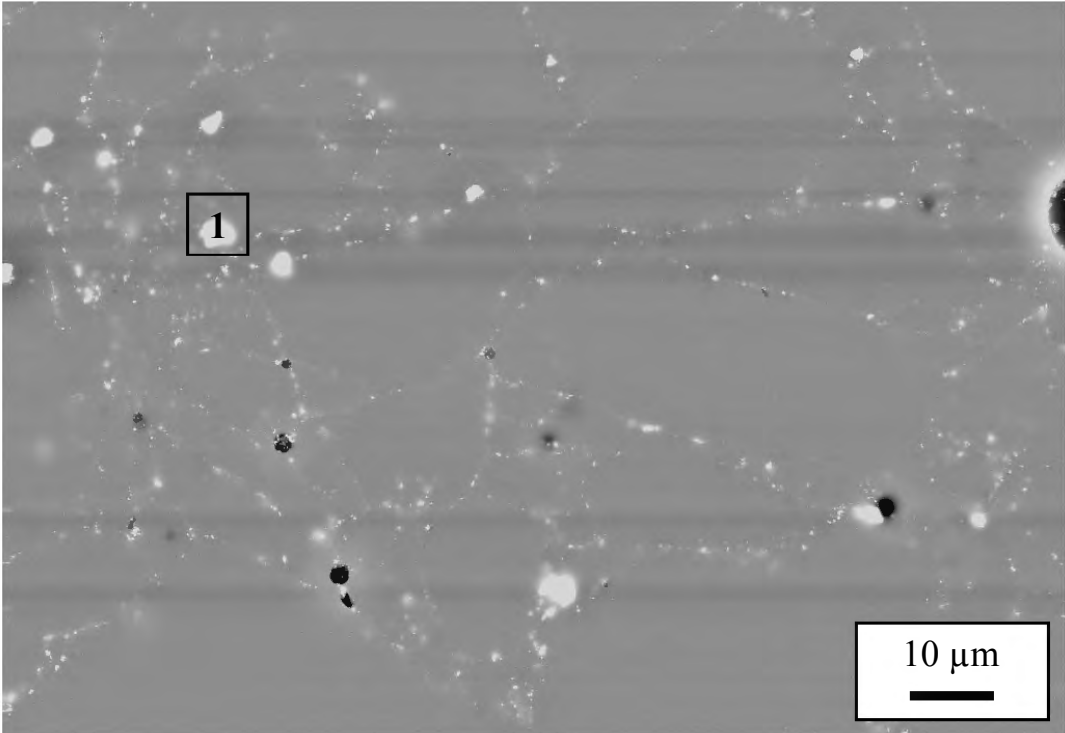


Şekil 9.91. 3 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

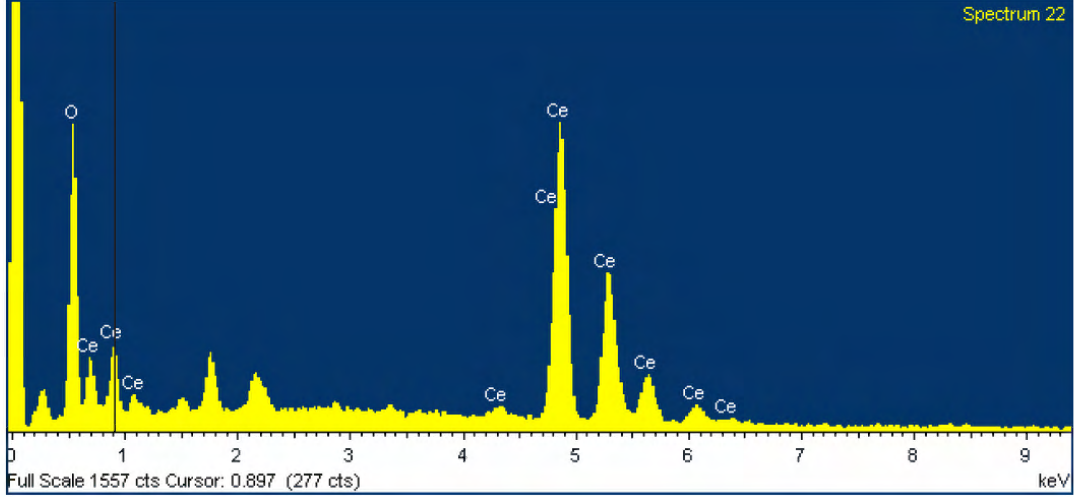
Z-Dentin kodlu tabakaya ait mikro yapı görüntüleri Şekil 9.92 ve 9.93’de sunulmuştur. Ticari dentin tabakalarından farklı olarak sistemde sadece beyaz renkli fazlar mevcuttur. Yapılan EDX analizi sonucu söz konusu tanelerin CeO_2 içerdiği (Şekil 9.94) ve porselenin XRD analizinden bu kristallerin dentin katmanına opaklaştırıcı olarak ilave edilen seranit fazına ait olduğu belirlenmiştir. Mikro yapılardan açıkça görüldüğü gibi üretilen dentin katmanı içinde ticari porselenlerde mevcut olan lüsit kristalleri bulunmamaktadır.



Şekil 9.92. Z-Dentin kodlu dentin katmanına ait SEM görüntüsü

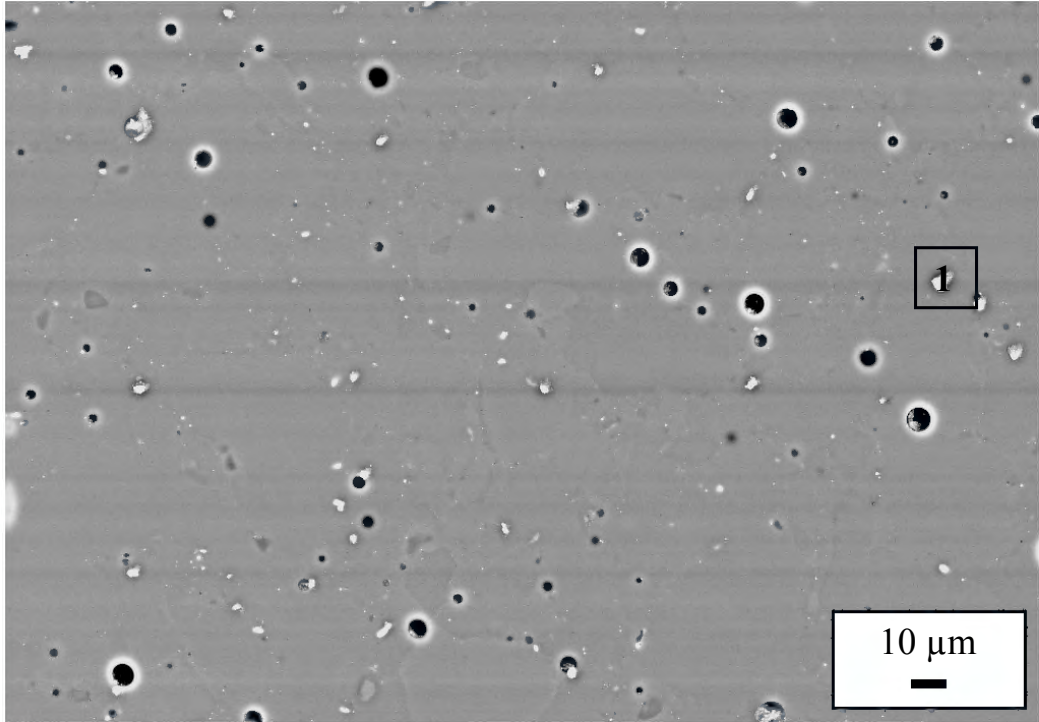


Şekil 9.93. Z-Dentin kodlu dentin katmanına ait SEM görüntüsü



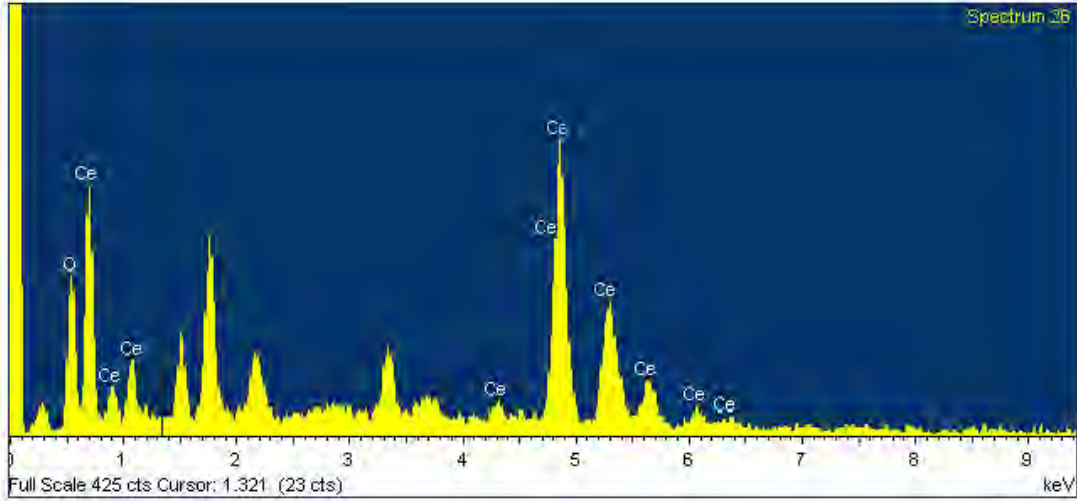
Şekil 9.94. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

Z-Mine kodlu tabakadan elde edilen SEM görüntüsü Şekil 9.95’de görülmektedir. Z-Dentin tabakasından farklı olarak yapıda yer alan beyaz tanelerin miktarı daha azdır. Bu durum dentine kıyasla ışık geçirgenliğinin daha fazla olması arzulanan mine tabakasında kullanılan opaklaştırıcı oksitin miktarının azlığından kaynaklanmaktadır.



Şekil 9.95. Z-Mine kodlu porselene ait SEM görüntüsü

XRD ve EDX (Şekil 9.96) analizlerinden mikro yapıda görülen beyaz tanelerin dentin tabakasında da yer alan seranit kristallerine ait olduğu anlaşılmıştır.



Şekil 9.96. 1 numaralı taneden alınan EDX analizi sonucu

Ticari ve çalışmada elde edilen tabakaların mikro yapılarına genel olarak bakıldığında en belirgin farklılık çalışmada üretilen tabakalarda lüsit fazının kullanılmaması olarak ortaya çıkmaktadır. Ticari tabakalarda söz konusu kristal kullanılarak sistemin ısı genleşme katsayısı ayarlanırken, üretilen katmanlarda sadece opak tabakasının genleşme katsayısının artırılmasında lüsitten faydalanılmış, diğer tabakaların α 'sı kullanılan oksitlerin özelliklerinden faydalanılarak düzenlenmiştir. Dentin ve mine katmanlarının mikro yapıları karşılaştırıldığında ticari ürünlerde lüsit fazının kullanılmasından kaynaklanan çatlaklar mevcut iken üretilen katmanlarda herhangi bir çatlak gözlenmemiştir. Özellikle lüsit kristallerinin etrafında oluşan çatlaklar lüsitin ısı genleşme katsayısının ($15-25 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) camsı matristen ($8-10 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) çok daha büyük olmasından kaynaklanmaktadır. Pişirim sırasında söz konusu farktan dolayı yapıda meydana gelen gerilim camın yumuşama sıcaklığı üzerinde ortadan kalktığı için her hangi bir sorun teşkil etmez iken, soğuma sırasında lüsitin daha fazla küçülmesinden dolayı yapıda çatlamalara sebep olmaktadır [162, 164, 165, 168-170, 173, 174]. Ayrıca, tıpkı zirkonyada olduğu gibi ısıtma ve soğutma sırasında lüsitte faz dönüşümü meydana gelmektedir. Oda sıcaklığında tetragonal

halde bulunan lüsit (low leucite) ~ 625 °C'nin üzerine çıkıldığında % 1,2'lik bir genleşme ile kübik forma dönmektedir (high leucite). Bu reaksiyon tersinirdir. Dolayısıyla, soğuma sırasında kübik-tetragonal dönüşümünden kaynaklanan hacimce küçülme de çatlak oluşumu üzerinde etkilidir [158, 160, 161, 166, 167, 171].

9.7. Mikro Sertlik Sonuçları

Tabakalara 0,5 kg yük uygulanarak gerçekleştirilen Vickers mikro sertlik testi sonuçları Çizelge 9.10'da verilmiştir.

Çizelge 9.10. Tabakalara ait mikro sertlik değerleri

Tabaka Adı	HV0,5	Standart Sapma	GPa	Standart Sapma
Vita VM9 Opak	522	40	5,2	0,0
Vita VM9 Dentin	650	21	6,9	0,4
Vita VM9 Mine	610	27	6,3	0,4
Noritake CZR Opak	526	45	5,6	0,3
Noritake CZR Dentin	583	27	6,1	0,3
Noritake CZR Mine	551	21	5,7	0,1
Z-Opak	655	40	7,2	0,4
Z-Dentin	536	17	5,5	0,3
Z-Mine	547	27	5,9	0,0

Sertlik değerleri özellikle mine tabakaları için önem taşımaktadır. Çünkü hasta ağızına yerleştirilen kron veya köprü gibi sabit protezin mine tabakasıyla, bunun tam karşısında bulunan sağlıklı dişin doğal mine katmanı sürekli temas halindedir. Şayet diş minesini protezin söz konusu tabakasından daha sert ise protez zaman ile aşınacaktır. Ters durumda ise kişi sağlıklı dişini zamanla kaybedecektir. Ne yazık ki böylesi önemli bir parametre ile ilgili olarak uluslararası “ISO 6872 Dental Ceramics” standardında uyulması gereken herhangi bir değer veya kural getirilmemiştir. Analizi gerçekleştirilen porselenler içinde Vita

VM9 mine tabakası en sert olarak ön plana çıkmaktadır (HV 610). Noritake mine ve Z-mine tabakalarının değerleri ise birbirine çok yakındır (HV 551 ve 547). Yapılan farklı çalışmalarda sağlıklı bir insan diş minesinin Vickers sertliğinin HV 254-383, veya 3,3-3,9 GPa olduğu ortaya konulmuştur. Buna göre özellikle Vita VM9 mine tabakasının dişi, diğerlerinden daha fazla aşındırması muhtemeldir. CE belgesine sahip ticari tabakaların sertliği ile kıyaslandığında çalışmada üretilen katmanların herhangi bir problem ile karşılaşmadan sabit protez uygulamalarında kullanılabileceği aşıkardır. Fakat doğal dişin sertlik değeri göz önüne alınarak katmanların üretilmesi daha uygun olabilir.

9.8. Eğme Mukavemet Testi Sonuçları

Tabakalara uygulanan üç nokta eğme testi sonuçları Çizelge 9.11’de görülmektedir.

Çizelge 9.11. Tabakalara ait eğme mukavemet testi sonuçları

Tabaka Adı	Kırılma Mukavemeti (MPa)	Standart Sapma	Elastik Modülü (GPa)	Standart Sapma
ISO 6872 Standardı	50,00	-	-	-
Vita VM9 Opak	69,94	11,38	21,57	2,05
Vita VM9 Dentin	88,96	9,63	24,39	0,28
Vita VM9 Mine	95,95	7,88	23,44	1,54
Noritake CZR Opak	73,98	4,59	20,82	2,22
Noritake CZR Dentin	70,48	5,75	19,82	2,03
Noritake CZR Mine	62,00	3,88	19,18	1,82
Z-Opak	93,29	6,77	34,04	2,13
Z-Dentin	154,00	0,29	51,62	5,98
Z-Mine	148,00	2,74	51,77	2,32

Test sonunda tüm tabakaların 50 MPa olan ISO 6872 “Dental Ceramics” standart değerinin üzerinde olduğu tespit edilmiştir. Opak katmanlar içinde en

düşük değer (69,94 MPa) VM9'a ait iken Z-Opak tabakası en yüksek eğme mukavemetine sahiptir (93,29 MPa). Noritake opak tabakasına ait değer ise belirtilen iki katman arasındadır (73,98 MPa). Herrero ve ark. yaptıkları çalışmada VM9 opak tabakasının dayanımını $52,23 \pm 9,64$ MPa ve CZR'ninkini ise $51,64 \pm 5,24$ MPa olarak tespit etmişlerdir [189]. Sonuçlardaki söz konusu farklılık pişirim koşullarından kaynaklanıyor olabilir. Dentin ve mine katmanları karşılaştırıldığında ise özellikle Z-Dentin ve Z-Mine tabakalarının ticari ürünlerin yaklaşık iki katı dayanıma sahip oldukları görülmektedir. Meydana gelen bu farklılığın Bölüm 9.6'da değinilen lüsit kristallerinin etrafında oluşan çatlaklardan kaynaklanması muhtemeldir. Ticari dentin ve mine tabakalarının sonuçları karşılaştırıldığında lüsit tane boyutu, dolayısıyla yapıdaki çatlak boyutu daha düşük olan VM9 tabakalarının eğme mukavemetleri daha yüksektir. Benzer olarak Shareef ve ark. yaptıkları çalışma sonucu lüsit tane boyutu büyük olan tabakalarda 56-70 MPa kırılma dayanımı elde ederken, lüsit tane boyutunun düşürülmesi durumunda bu değer 120-137 MPa'a ulaştığını belirtmişlerdir [174]. Bu sonuç mevcut çalışmada üretilen, lüsit içermeyen Z-Dentin ve Z-Mine tabakalarının kırılma mukavemetlerinin yüksek olmasını doğrular niteliktedir.

9.9. Kimyasal Dayanım Sonuçları

Tabakaların hacimce % 4'lük asetik asit içerisinde 80 °C'de 16 saat tutulmasıyla gerçekleştirilen kimyasal dayanım deneyi sonuçları Çizelge 9.12'de verilmiştir.

Opak porselen tabakaları içinde en fazla Vita VM9'un ağırlık kaybına uğradığı belirlenmiştir. Opak tabakasının üzeri sırasıyla dentin ve mine tabakasıyla kaplandığı için ağız sıvılarına maruz kalmamaktadır. Bu yüzden ISO 6872 "Dental Ceramics" standardında herhangi bir limit değer belirtilmemiştir. Dentin ve mine tabakalarında meydana gelen ağırlık kaybına bakıldığında ISO 6872 standardına göre limit değer 100 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ olduğu göz önüne alınırsa VM9 ve çalışmada üretilen Z serisi dentin ve mine katmanlarının oldukça düşük ağırlık kaybı sergiledikleri anlaşılmaktadır ($\sim 25 \mu\text{g}/\text{cm}^2$). Noritake dentin ve mine katmanlarında ise bu değer $\sim 50 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 'dir. Diş teknisyeni tarafından mekanik

şekilde sabit protezin parlatılıp hasta ağzına uygulandığı düşünülürse dentin ve mine tabakası ağız sıvılarıyla doğrudan temas halinde olacaktır. Bundan dolayı kimyasallara karşı dayanımlarının yüksek olması önem taşımaktadır. Mine tabakası üzerine son ürün olarak uygulanan sırda meydana gelen ağırlık kaybına bakıldığında Ceramco PFZ sırında hiçbir kayıp gözlenmezken yine aynı markanın diş teknisyenleri tarafından oldukça rağbet gören Ceramco II sırası (Ceramco II Low Temperature Glaze) ISO limitinin $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ olduğu düşünüldüğünde oldukça yüksek ($730,05 \mu\text{g}/\text{cm}^2$) ve limitlerin dışında ağırlık kaybına sahiptir. Noritake firmasının CZR sırası ise $60,50 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ ağırlık kaybına sahiptir. Çalışmada üretilen Z-Sıra kodlu ürün ise Ceramco II sırasına benzer bir ağırlık kaybına sahiptir ($603,26 \mu\text{g}/\text{cm}^2$). Diş teknisyenlerinin talep ettiği “çok yüksek parlaklık” eldesi için sıra bileşiminde kullanılan Na_2O , K_2O , Li_2O gibi alkaliler söz konusu dayanımın düşmesine sebep olmuştur. Reçetede yapılacak düzenlemeler ile bu problem giderilebilir.

Çizelge 9.12. Tabakaların kimyasal dayanım sonuçları

Porselen Adı	Ağırlık Kaybı ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)
Vita VM9 Opak	2990,51
Vita VM9 Dentin	24,32
Vita VM9 Mine	24,91
Ceramco PFZ Sıra	0,00
Ceramco II Sıra	730,05
Noritake CZR Opak	0,00
Noritake CZR Dentin	49,34
Noritake CZR Mine	49,28
Noritake CZR Sıra	60,50
Z-Opak	53,79
Z-Dentin	25,17
Z-Mine	25,18
Z-Sıra	603,26

10. SONUÇLARIN ÖZETİ

Mevcut çalışma sonucunda elde edilen sonuçların özetleri aşağıda sıralanmıştır;

- Çalışmada kullanılan her iki zirkonya tozunun da (TZP-1 ve TZP-2) ana kristal fazı tetragonal zirkonya iken düşük oranda monoklinik zirkonya pikleri de tespit edilmiştir.
- Mikroyapı görüntülerine bakıldığında her iki tozun da çok homojen granüllerden oluştukları ve istenmeyen donat formunda granüller içermedikleri görülmüştür.
- TZP-1 granülünü oluşturan birincil zirkonya taneleri 100 nm'nin altında iken, TZP-2'yi oluşturan tanelerin 100-200 nm oldukları belirlenmiştir.
- Taramalı geçirimli elektron mikroskobu yüksek açılı halkasal karanlık alan dedektörü (STEM-HAADF) tekniği ile yapılan incelemelerde tozlarda herhangi bir safsızlığa rastlanmamıştır.
- STEM-HAADF görüntülerindeki tanelerden elde edilen şiddet profilleri değerlendirildiğinde, TZP-2'nin tane boyutunun (120 nm) TZP-1'in (60 nm) yaklaşık 2 katı olduğu saptanmıştır.
- Zirkonya tozlarının tane boyut analizine göre d10 ve d90 değerleri incelendiğinde ~ 35 ile 115 µm arasında bir dağılım söz konusudur.
- Çalışmada incelenen tüm blokların molce ~ % 3 Y₂O₃ ile yarı kararlı hale getirilmiş yüksek saflıkta ZrO₂ tozundan üretildiği görülmüştür.
- Ticari zirkonya bloklardan YZ 2000 ve Zirkonzahn'ın yoğunlukları birbirlerine yakın iken (3,05-3,13 g/cm³) Cercon'un ki daha düşüktür (2,90 g/cm³).
- Sinterleme sonrası ticari destekler ile aynı oranda küçülme sağlanması için zirkonya blokların ham yoğunluklarının ilgili firma ile eşit olması gerekmektedir.
- Üretilen blokların ham yoğunluk değerleri beklenildiği gibi artan presleme basıncı ile yükselmektedir. Blokların yoğunlukları şekillendirme basıncı değiştirilerek ticari bloklar ile benzer değerlere ayarlanabilir.

- Blokların ham yoğunluklarının sadece şekillendirme basıncı yerine basınç ve sıcaklık dengesi ile istenilen değere ayarlanması durumunda blokların sertliğinde çok büyük farklılıklar meydana gelmekte ve bu durum zirkonya bloğun işleme performansını doğrudan etkilemektedir.
- Diş teknisyenince profesyonel çalışma ortamında yapılan denemeler sonucu sertlikleri yüksek olan blokların daha zor işlenebildikleri ve şekillendirmede kullanılan firezleri daha fazla aşındırdıkları, yumuşak olanların ise daha kolay şekillendirilebildiği, teknisyeni fazla yormadığı ve firezleri az aşındırdığı ancak, blokların işlenmesi sırasında yumuşak olmalarından dolayı ürünün ince kenarlarında kırılmalar ve parça kopmaları meydana geldiği tespit edilmiştir.
- Ticari zirkonya bloklara yapılan XRD analizi sonuçlarından yapıdaki zirkonyum oksidin hemen hemen tamamının yitriya ile yarı kararlı hale getirilmiş tetragonal zirkonya olduğu ve ilaveten yapıda çok az miktarda monoklinik zirkonyum oksitin yer aldığı saptanmıştır.
- Çalışmada üretilen zirkonya blokların TZ-B1 ve TZ-B2'nin XRD analizi sonucu ticari bloklarla benzer özellikler sergilemektedir.
- Ticari zirkonya bloklardan Cercon'un tane boyutu <100 nm iken Vita YZ-2000 ve Zirkozahn'ınki 100-200 nm arasında değişmektedir. Bundan dolayı Cercon destekler 1350 °C'de Zirkozahn ve YZ-2000 ise sırasıyla 1500 °C ve 1530 °C'de sinterlenmektedir.
- Üretilen zirkonya blokların mikro yapılarına bakıldığında (Şekil 9.23) TZ-B1 Cercon ile TZ-B2 ise YZ-2000 ve Zirkozahn ile benzerlik arz etmektedir.
- Mevcut çalışmada üretilen blokların profesyonel çalışma koşullarında diş teknisyenlerince Cad/Cam veya manuel cihazlarda işlenmesi ve sonrasında firmaların fırınlarında sinterlenmesi sonucu ticariler ile aynı özelliklere sahip zirkonya destek üretimi gerçekleştirilmiştir.
- Ticari zirkonya bloklardan elde edilen ve firmaların fırınlarında sinterlenmiş desteklere ait SEM görüntülerinden ürünlerin tamamının iyi sinterlendiği ve

yoğunlaştığı, fakat parlatma sırasında zirkonya ve alümina gibi seramiklerde sıklıkla gözlenen tane çıkmalarının meydana geldiği tespit edilmiştir.

- Mikroyapılar karşılaştırıldığında, Zirkonzahn ve Cercon'un tane boyutlarının küçük (100-500 nm), YZ 2000'in ise daha büyük olduğu saptanmıştır (200 nm-1 µm).
- YZ-2000 desteğinin tane boyutunun fazla olması pişirim süresinden ziyade bloğun üretiminde kullanılan tozun sinterlenme karakterinden kaynaklanmaktadır.
- Ham yoğunluğu Cercon Firması'na göre ayarlanan TZ-B1_Cercon desteğinin çok iyi bir şekilde sinterlendiği dolayısıyla, TZP-1 ile yapılan bloktan hazırlanan ürünlerin söz konusu fırında rahatlıkla sinterlenebileceği belirlenmiştir.
- TZ-B2_Cercon desteğinde ise söz konusu pişirim koşullarında istenilen yoğunluğa ulaşılamamıştır. Ticari fırınların programlarının değiştirilmesi mümkün olmadığı için bu toz (TZP-2) ile üretilecek ürünlerin Cercon Firması'nın fırınında pişirilmesinin mümkün olmadığı tespit edilmiştir.
- Vita Firması'na göre ham yoğunluğu ayarlanan (3,05 g/cm³) bloklardan hazırlanan ve firmanın fırınında pişirilmesi sonucu elde edilen desteklerin (TZ-B1_YZ-2000 ve TZ-B2_YZ-2000) mikro yapıları kıyaslandığında her ikisinin de 1530 °C'de 120 dk.'da iyi bir şekilde sinterlendikleri ve yüksek yoğunluğa ulaştıkları görülmüştür.
- Çalışmada üretilen TZ-B2_YZ-2000 desteğinin YZ-2000 ile benzer bir mikro yapıya sahip olduğu, Vita Firması'nın fırınında sinterlenebileceği ve ticari ürün ile yakın sonuçların alınabileceği saptanmıştır.
- Zirkonzahn kodlu blok ile aynı ham yoğunluğa getirilen (3,13 g/cm³) TZ-B1_Zirkonzahn ve TZ-B2_Zirkonzahn desteklerin mikro yapı görüntülerinden her iki ürününde iyi bir şekilde sinterlendiği ve yoğunlaştığı saptanmıştır.
- Zirkonzahn ile B1_Zirkonzahn ve TZ-B2_Zirkonzahn desteklerinin mikro yapıları karşılaştırıldığında, çalışmada üretilen bloklar ile hazırlanan desteklerin tane boyutunun çok daha büyük olduğu saptanmıştır.

- TZP-1 ve TZP-2 tozlarından hazırlanan ürünlerin sinterleme sıcaklığı-mikroyapı ilişkisinden TZ-B1 ürünün 1350 °C’de sinterlendiği ve bu sıcaklığın üzerinde tane büyümesinin meydana geldiği, TZ-B2’de ise TZP-2 tozunun tane boyutunun daha büyük oluşundan dolayı sinterlenmenin 1400 °C’de tamamlandığı ve sonrasında benzer biçimde tanelerin büyüdüğü anlaşılmıştır.
- Üretilen desteklerin 1500 °C’den daha düşük sıcaklıklarda sinterlenmeleri mümkündür. Dolayısıyla, bu durum enerji ve fırın maliyeti açısından büyük önem taşımaktadır.
- Ticari numunelerin pişme küçülmesi verilerine bakıldığında ham yoğunluğu en düşük olan Cercon diğerlerinden daha fazla küçülürken (% 24,79), sonrasında YZ-2000 (% 20,66) ve Zirkonzahn (% 19,21) gelmektedir.
- TZ-B1 ve TZ-B2 numunelerinin pişme küçülmeleri ticari ürünler ile aynı değerlere getirilmiştir.
- Üretilen desteğin sinterlendikten sonra üç boyutta da eşit küçülmesi son ürünün model üzerine ve sonrasında hasta ağzına problemsiz yerleştirilebilmesi bakımından çok önemlidir.
- Tek yönlü pres ile şekillendirilen numunede yönler bağli küçülmeler ortaya çıkmıştır. Özellikle ürünün yüksekliği (presleme yönü) en ve boyundan daha az küçülmektedir.
- CIP ile şekillendirilen bir numunedeki sinterleme sonrası meydana gelen küçülmenin her yönde eşit olduğu anlaşılmıştır.
- Tek eksenli pres ile hazırlanan blokların zirkonya destek üretiminde kullanılmalarının pişme küçülmesi bakımından uygun olmayacağı belirlenmiştir.
- Ürünün preslenme basıncının dolayısıyla ham yoğunluğun artması sonucu ürün daha hızlı sinterlenmekte ve pişme küçülmesi azalmaktadır.
- Ticari numunelerin sinterlenme eğrileri karşılaştırıldığında YZ-2000 ve Zirkonzahn için sinterlenmenin en hızlı gerçekleştiği sıcaklıklar sırasıyla 1325 °C ve 1334 °C iken Cercon’da bu değer 1144 °C’dir.

- TZ-B1_Cercon kodlu numunenin analiz sonucuyla en hızlı sinterlenmenin Cercon’la benzer biçimde 1167 °C’de meydana geldiği saptanmıştır.
- TZ-B2_YZ-2000’e ait eğri incelendiğinde numunenin 1332 °C’de en hızlı şekilde sinterlendiği tespit edilmiştir.
- Firmaların belirlediği 1500 ve 1530 °C yerine daha düşük sıcaklıklarda da ürün pişirimlerinin mümkün olduğu, böylece, daha küçük tane boyutu ve dolayısıyla, daha yüksek mekanik özelliklere sahip desteklerin üretiminin gerçekleştirilebileceği anlaşılmıştır.
- Ticari örnekler ve üretilen zirkonya numunelerin sinterlenme sonrasında TZ-B2_Cercon haricinde % 100 teorik yoğunluğa (6,05 g/cm³) ulaştıkları belirlenmiştir.
- Ticari ürünlerin eğme testi sonuçları karşılaştırıldığında en yüksek eğrin Zirkonzahn ile elde edildiği (1106 MPa), en düşük değerin ise 923 MPa ile Cercon Firması’na ait olduğu görülmüştür.
- TZ-B1 ve TZ-B2 bloklarından hazırlanan desteklerin eğme dayanımlarına bakıldığında en yüksek değere (1060 MPa) TZ-B2_Zirkonzahn ürünüyle ulaşılmıştır.
- Üretilen desteklerin tamamı 100 MPa olan “ISO 6872 Dental Ceramics” limit değerinin çok çok üzerindedir.
- XRD desenlerinden ticari zirkonya desteklerin tetragonal forma zirkonya oldukları sadece Cercon desteğinde çok azda olsa monoklinik fazın mevcut olduğu anlaşılmıştır.
- Ticari desteklerin olduğu gibi üretilen zirkonya desteklerin de tetragonal zirkonya fazına sahip olduğu belirlenmiştir. Sadece Cercon fırınında sinterlenen ürünlerde ve Vita fırınında sinterlenen TZ-B1_YZ-2000 desteğinde monoklinik zirkonya oluşumları gözlenmiştir.
- Zirkonya desteklerin 72-75 (2θ) aralığındaki piklerine bakıldığında sadece ticari Zirkonzahn desteğinin az miktarda kübik faz içerdiği, diğer desteklerde ise söz konusu fazın bulunmadığı anlaşılmıştır.

- Diş porseleni tabakalarından opak ve sır tozlarının tane boyutları oldukça küçük iken (1,5 μm – 35 μm), dentin ve mine tozlarınınki (3 μm – 85 μm) daha büyüktür.
- CZR opak porselen tozunun VM9’unkinden daha erken sinterlenmeye başladığı ve sinterlenmenin hızlı bir biçimde gerçekleştiği görülmüştür.
- Yapılan denemeler ve diş teknisyenlerinin gözlemleri sonucu çalışmada üretilen opak tozları içinde en iyi sonucu Z-Opak kodlu ürünün verdiği tespit edilmiş ve optimum pişirim sıcaklığı 910 °C olarak belirlenmiştir.
- VM9, CZR dentin tozlarının sinterlenme davranışları karşılaştırıldığında her iki dentin tozunun benzer bir ergime davranışı sergilediği tespit edilmiştir.
- Diş teknisyenleri tarafından gerçekleştirilen denemelere göre ürünün 900 °C’de pişirilmesiyle, üretilen tüm dentin tozları içinde estetik açıdan en iyi sonuca Z-dentin tozu ile ulaşılmıştır.
- Mine porselen tozlarının sinterlenme eğrilerine ve ergime davranışları dentin tozlarınıninkine oldukça yakındır.
- Z-Mine’nin 900 °C’de pişirilmesiyle en iyi sonuca ulaşılmıştır.
- Her iki ticari ürün karşılaştırıldığında Ceramco Firması’nın sır tozunun daha düşük sıcaklıkta sinterlenmeye başladığı ve eridiği görülmüştür.
- Parlaklık, yüzey düzgünlüğü ve Z-Mine kodlu mine tozu ile uyum açısından üretilen sır tozları içinde G11 (Z-Sır) en tatminkâr sır bileşimi olarak seçilmiştir.
- Ticari porselen toz serilerinin her ikisinde de opak tabakasının beklenenin aksine sistemin en düşük genleşme katsayısına sahip olduğu belirlenmiştir.
- Çalışmada üretilen tabakalardan P.L24, D8 ve E8 ürünlerinin bir arada kullanıldığı uygulamalarda P.L24 opak tabakasından kaynaklanan α uyumsuzluğu gözlenmiştir.
- Lüsit-esaslı firitin % 30 oranında kullanılmasıyla sistem için arzu edilen α değerine ve ürünlerin uygun genleşme katsayısı sırasına ulaşılmıştır.
- Z serisi (Z-Opak, Z-Dentin, Z-Mine ve Z-Sır) diş porseleni setinin α ’ları incelendiğinde tüm tabakaların birbirleriyle uyumlu olduğu tespit edilmiştir.

- Vita VM9 opak tabakasının serianit, badeleyit, lüsit ve yitriya fazlarını içerdiği saptanmıştır.
- Noritake opak katmanında ise opaklaştırıcı olarak seramik sırlarının da temel bileşeni olan zirkondan (ZrSiO_4) faydalanılmıştır. Isıl genleşme katsayısını ayarlamak için lüsit ve kristobalit te kullanılmıştır.
- P.L24 kodlu opak tabakasındaki ana kristal fazların kasiterit (SnO_2), badeleyit (ZrO_2), anataz (TiO_2) ve yitriya (Y_2O_3) olduğu görülmüştür.
- TiO_2 'nin yerine CeO_2 'nin tercih edildiği Z-Opak kodlu üründe kasiterit (SnO_2), t-zirkonya (ZrO_2), serianit (CeO_2) ve lüsit (KAlSi_2O_6) fazlarının yer aldığı tespit edilmiştir.
- Ticari dentin tabakasına ait XRD analiz sonuçları her iki üründe de lüsit fazının varlığına işaret etmektedir. CZR dentin porseleninde ise opak tozunda olduğu gibi lüsite ilave olarak kristobalit fazı da gözlenmiştir.
- Çalışmada üretilen Z-Dentin kodlu dentin tabakasının XRD deseninde sadece opaklaştırıcı olarak ilave edilen serianit (CeO_2) fazına ait pikler gözlenmektedir.
- Mine tabakaları ile ilgili XRD analizi sonuçları dentin tabakaları ile bire bir aynıdır.
- Ticari ve çalışmada üretilen sırlar incelendiğinde, ürünlerin kristal faz içermedikleri görülmektedir (Şekil 10.42-10.44).
- Noritake CZR ve Vita VM9 porselen tabakaları genel olarak karşılaştırıldığında her ikisinde de lüsit kristalleri olmasına rağmen VM9'dakilerin çok daha az ve kristal boyutlarının küçük olduğu orta konulmuştur.
- Porselenler yapılarında meydana gelen çatlaklar bakımından kıyaslandığında, daha az ve küçük lüsit kristallerine sahip VM9'da söz konusu hata boyutlarının daha küçük ve sayısının daha az olduğu aşikârdır.
- Bunlara ilave olarak CZR tabakalarında yüksek α değerine sahip kristobalit kullanımının, bu kristal ile camsı yapı arasındaki ısı genleşme katsayısı farklılığından dolayı çatlak oluşumlarına yol açtığı tespit edilmiştir.

- Z-Opak ile ticari opak ürünler karşılaştırıldığında, Z-Opak tabakasında daha fazla opaklaştırıcı kullanıldığı görülmektedir. Ayrıca, sisteme ısıl genleşme katsayısını yükseltmek amacıyla katılan lüsit kristali tane boyutunun ticari porselenlerde kullanılanlardan daha büyük olduğu anlaşılmıştır.
- Üretilen dentin ve mine katmanı içinde ticari porselenlerde mevcut olan lüsit kristalleri bulunmamaktadır.
- Dentin ve mine katmanlarının mikro yapıları karşılaştırıldığında ticari ürünlerde lüsit fazının kullanılmasından kaynaklanan dairesel çatlaklar mevcut iken üretilen katmanlarda herhangi bir çatlak gözlenmemiştir.
- Vickers mikro sertlik testine göre Vita VM9 mine tabakası en sert olarak ön plana çıkmaktadır (HV 610). Noritake mine ve Z-mine tabakalarının değerleri ise birbirine çok yakındır (HV 551 ve 547).
- Test sonunda tüm tabakaların 50 MPa olan ISO 6872 “Dental Ceramics” standart değerinin üzerinde olduğu tespit edilmiştir.
- Dentin ve mine katmanları karşılaştırıldığında özellikle Z-Dentin ve Z-Mine tabakalarının ticari ürünlerin yaklaşık iki katı dayanıma sahip oldukları görülmektedir.
- Opak porselen tabakaları içinde en fazla Vita VM9’un ağırlık kaybına uğradığı belirlenmiştir.
- Dentin ve mine tabakalarında meydana gelen ağırlık kaybına bakıldığında ISO 6872 standardına göre limit değerin $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ olduğu göz önüne alınırsa VM9 ve çalışmada üretilen Z serisi dentin ve mine katmanlarının oldukça düşük ağırlık kaybı sergiledikleri anlaşılmıştır.

11. GENEL SONUÇLAR

Mevcut doktora tezinde metal desteksiz diş protezlerinde kullanılan ticari üç farklı zirkonya ve 2 farklı opak, dentin, mine ve sır tozlarının ve porselenlerinin karakterizasyonu yapılmış, seramik destek yapımında kullanılan zirkonya bloğun üretiminde izlenen süreç parametreleri ve bunların ürüne olan etkileri tespit edilmiş, söz konusu blok üretilmiş ve manüel ve Cad/Cam sistemine sahip cihazlarda destek formunda işlenmiş, zirkonya destek üzerine uygulanacak opak, dentin, mine ve sır porselen tabakaları geliştirilmiş, tüm ürünlerin karakterizasyonu ISO 6872 “Dental Ceramic” ve TS EN ISO 6872 “Diş Seramiği” standartlarına göre yapılmış ve sonuç olarak çalışmada üretilen zirkonya destek ve diş porselenlerinin bir arada kullanılmasıyla ticari olanlar ile aynı özelliklerde metal desteksiz sabit diş protezinin üretilmesi mümkün olmuştur (Şekil 11.1). Ayrıca, çalışmada üretilen bloklardan diş teknisyeni tarafından profesyonel çalışma ortamında manüel cihazda işlenen 22 adet farklı boyutlarda kron ve köprü formundaki destekler diş hekiminin bilgisi ve hastanın isteği dahilinde hasta ağzına uygulanan sabit protezlerde destek olarak kullanılmış ve 8 aylık bir sürenin sonunda halen herhangi bir şikâyet ile karşılaşılmamıştır.



Şekil 11.1. Çalışmada üretilen zirkonya blok, bloğun işlenmesiyle elde edilen renklendirilmiş ve sinterlenmiş zirkonya destek ve destek üzerine porselen tabakalarının uygulanması sonucu elde edilen nihai ürünün görüntüsü

12. ÖNERİLER

Tamamlanmış doktora çalışmasında zirkonya destek ve diş porseleni tabakalarından opak, dentin, mine ve sır tozlarının üretimi ve karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Bundan sonraki çalışmalarda oluşturulan temel üzerine her bir katman için daha detaylı çalışmaların yapılması uygun olacaktır. Örneğin;

Çalışmadan elde edilen zirkonya desteklerin tane büyümesi olmadan daha düşük sıcaklıkta sinterlenebilmesinin mümkün olduğu sonucuna göre ısıtma hızı, sinterleme sıcaklığı ve bekleme süresi gibi parametreler kontrol edilerek daha üstün özelliklere sahip ürün eldesi üzerine çalışmalar yapılabilir.

Opak porselen tozunda kullanılan opaklaştırıcıların çeşidinin, kullanılacak miktarın ve farklı opaklaştırıcıların birlikte kullanılmasının opak tabakasında yaratacağı etki detaylı bir şekilde incelenebilir.

Diş porseleni tabakalarının 80 °C’de 16 saat asetik asit çözeltisine maruz kaldığında cam ve çözelti arasında meydana gelen etkileşimler, numune yüzeyindeki mikroyapısal değişiklikler, varsa yeni faz oluşumları incelenerek kompozisyonların modifiye edilmesi ve kimyasallara karşı daha dayanıklı tabakaların eldesi mümkün olabilir.

KAYNAKLAR

- [1] Leinfelder, K. F., "Porcelain Esthetics for the 21st Century", *Journal of the American Dental Association (JADA)*, **131**, 47-51, 2000.
- [2] Sadowsky, S. J., "An overview of Treatment Considerations for Esthetic Restorations: A Review of the Literature", *The Journal of Prosthetic Dentistry*, **96** [6], 433-442, 2006.
- [3] Zel, J. M. V. D., "Zirconia Ceramic in Dental CAD/CAM: How CAD/CAM Technology Enables Zirconia to Replace Metal in Restorative Dentistry", *Journal of Dental Technology*, 17-24, February 2007.
- [4] Anonim, *Metal Desteksiz Porselen Full Porselen Kronlar*, <http://www.creadenta.com/dis.asp?kid=1&mk=9>.
- [5] http://www.colordentallabor.com/tr/urunler_metal_kopru_01.asp.
- [6] www.sote.hu/download/inst87/epa1-2-09.ppt.
- [7] Erdelt, K., Beuer, F., Schweiger, J., Eichberger, M., Gernet, W., "Flexural Strength of Milled White-Body Zirconia", *Quintessenz Zahntech*, **30** [9], 942-954, 2004.
- [8] Manicone, P. F., Iommetti, P. R., Raffaelli, L., "An Overview of Zirconia Ceramics: Basic Properties and Clinical Applications", *Journal of Dentistry*, **35**, 819-826, 2007.
- [9] Zel, J. M. V. D., "Ceramics in Systems", *Dental Assia*, 16-22, November/December 2006.
- [10] Shriharsha, P., Dagmar, V., Sujith, S., Tomas, V., "A New Oxide-Based High-Strength All-Ceramic Material: An Overview", *The Journal of Indian Prosthodontic Society*, **7** [4], 175-178, 2007.
- [11] Parker, R. M., "Use of Zirconia in Restorative Dentistry", *Dentistry Today*, 116-119, March 2007.
- [12] Snyder, T. C., "All-Ceramic Restorations Using Vita YZ Cad/Cam Zirconia Veneered with VM9 Porcelain", *Contemporary Esthetics*, 30-33, July 2007.

- [13] Filser, F., Lüthy, H., Scharer, P., Gauckler, L., “All-Ceramic Dental Bridges by Direct Ceramic Machining (DCM), *Materials in Medicine, Materials Day*, 165-189, 1998.
- [14] Denry, I. L., “Recent Advances in Ceramics for Dentistry”, *Crit. Rev. Oral Biol. Med.*, **7** [2], 134-143, 1996.
- [15] Denry, I., Kelly, J. R., “State of The Art of Zirconia for Dental Applications”, *Dental Materials*, **24**, 299-307, 2008.
- [16] www.dentalyum.com.tr/disimizitaniyalim.html.
- [17] Doğan, A., Doğan, O. M., *Dental Morfoloji*, Ankara, 1999.
- [18] <http://www.dentadent.com.tr/products-1.htm>.
- [19] http://www.medem.com/medlb/article_detailb_for_printer.cfm?article_ID=ZZZTD0TCGJC&sub_cat=525.
- [20] Kedici, S., Ankara Üniversitesi, Diş Hekimliği Fakültesi, Laboratuvar Notları, 2000.
- [21] Park, J., *Development of a Glass-Ceramic for Biomedical Applications*, Doktora Tezi, Ortadoğu Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 2008.
- [22] http://www.hekimim.com/genel/genel_bilgi.htm.
- [23] Ironside, J. G. and Swain, M. V., “Ceramics in Dental Restorations – A Review and Critical Issues Ceramics in Dental Restorations”, *Journal of the Australasian Ceramic Society*, **34** [2], 78-91, 1998.
- [24] John B., Wachtman Jr., “Ceramic Innovations in the 20th Century”, 220-221, 1999.
- [25] Bulduk, İ., *Diş Porseleni Üretimi ve Karakterizasyonu Çalışmaları*, Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, 2003.
- [26] Steyern, P. V., “All-Ceramic Fixed Partial Dentures; Studies on Aluminum Oxide- and Zirconium Dioxide-Based Ceramic Systems”, *Swedish Dental Journal Supplement*, **173**, Malmö, 2005.
- [27] Kelly J. R., Nishimura I., Campbell S. D., “Ceramics in Dentistry: Historical Roots and Current Perspectives”, *J. Prosthet. Dent.*, **75**, 18-32, 1996.

- [28] Ring, M. E., "Dentistry, an Illustrated History", The Mosby Co., StLouis, USA, 1995.
- [29] Guazzato, M., Albakry, M., Ringer, S.P., Swain, M. V., "Strength, Fracture Toughness and Microstructure, of a Selection of All-Ceramic Materials. Part I. Pressable and Alumina Glass-Infiltrated Ceramics", *Dental Materials*, " **20**, 441-448, 2004.
- [30] Weinstein, M., *Fused Porcelain to Metal Teeth*, USA, Patent No: 3052982, 1962.
- [31] McLean, J. W., Hughes, T. H. "The Reinforcement of Dental Porcelain with Ceramic Oxides", *Br. Dent. J.*, **119**, 251-267, 1965.
- [32] Noort, R. V., "Dental Ceramics", Introduction to Dental Materials", Mosby, 2002.
- [33] McCabe, J. F., Walls, A., *Applied Dental Materials*, Wiley Blackwell, London, England, 1998.
- [34] Ravaglioli, A., Krajewski, A., *Bioceramics/Materials/Properties/Applications*, 290-310, 1992.
- [35] <http://www.hekimim.com/estetik/laminate/laminat1.jpg>.
- [36] <http://www.teknoakademi.com/dentart/detay.asp?id=37&kat=>.
- [37] <http://www.magicdental.net/SabitKopru.aspx>.
- [38] Zaimoğlu, A., Can, G., Ersoy, A. E., Aksu, L., *Diş Hekimliğinde Maddeler Bilgisi*, Ankara Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Yayınları, Yayın No: 17, Ankara Üniversitesi Basımevi, Ankara, 1993.
- [39] Akin, E., *Diş Hekimliğinde Porselen*, İstanbul Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Yayınları, Yayın No: 43, İstanbul, 1983.
- [40] Turan, S., *Microstructural and Phase Analysis of Ceramic Material Used in Manufacture of Dental Restorations*, Doktora Tezi, The University of Leeds, Division of Ceramics, School of Materials, 1990.
- [41] Dental Laboratuar Diş Teknisyenliği Dergisi, Nisan-Mayıs-Haziran, 2004.
- [42] Anonim, *Vita Kataloğu*, 1995.
- [43] <http://www.pbbase.com/robertmountain1967/image/51803166>.

- [44] http://www.ivoclarvivadent.com/content/products/detail.aspx?id=mcr_t1_685562197&product=IPS+e.max+System+Techniker.
- [45] http://www.ivoclarvivadent.com/content/products/detail.aspx?id=prd_t1_700517700&product=IPS%20Empress%20System%20dentist.
- [46] Höland, W. and Beall, G., *Glass-Ceramic Technology*, The American Ceramic Society, Westerville, USA, 2002.
- [47] http://www.keatingdentalarts.com/products_services/allceramic.cfm.
- [48] Raigrodski, A. J. R., Swift, E. J., “Materials for All-Ceramic Restorations”, *Ask the Experts*, **18 [3]**, 117-118, 2006.
- [49] Sun, Y., Wang, Z., Tian, J., Cao, X., “Coloration of Mica Glass-Ceramic for Use in Dental CAD/CAM Systems”, *Materials Letters*, **57**, 425-428, 2002.
- [50] Oden, A., Andersson, M., Krystek, I., Magnusson, D., “Five-Year Clinical Evaluation of Procera AllCeram Crowns”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, **80 [4]**, 450-455, 1998.
- [51] Haselton, D., Diaz-Arnold, A., Hillis, S., “Clinical Assessment of High-Strength All-Ceramic Crowns”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, **83 [4]**, 396-401, 2000.
- [52] White, S. N., Miklus, V. G., McLaren, E. A., Lang, L. A., Caputo, A. A., “Flexural Strength of a Layered Zirconia and Porcelain Dental All-Ceramic System”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, **94 [2]**, 125-131, 2005.
- [53] Gorman, C. M., McDevitt, W. E., Hill, R. G., “Comparison of Two Heat-Pressed All-Ceramic Dental Materials”, *Dental Materials*, **16**, 389-395, 2000.
- [54] Tinschert, J., Zvez, D., Marx, R., Anusavice, K. J., “Structural Reliability of Alumina-, Feldspar-, Leucite-, Mica- and Zirconia-Based Ceramics”, *Journal of Dentistry*, **28**, 529-535, 2000.
- [55] Kou, W., Molin, M., Sjögren, G., “Surface Roughness of Five Different Dental Ceramic Core Materials After Grinding and Polishing”, *Journal of Oral Rehabilitation*, **33**, 117-124, 2006.

- [56] Denry, I. L., Holloway, J. A., “Microstructural and Crystallographic Surface Changes After Grinding Zirconia-Based Dental Ceramic”, *Wiley Interscience*, 2005.
- [57] Sundh, A., Molin, M, Sjögren, G., “Fracture Resistance of Yttrium Oxide Partially-Stabilised Zirconia All-ceramic Bridges After Veneering and Mechanical Fatigue Testing”, *Dental Materials*, **21**, 476-482, 2005.
- [58] Yilmaz, H., Aydin, C., Gul, E. B., “Flexural Strength and Fracture Toughness of Core Ceramics”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, **98**, 120-128, 2007.
- [59] Luthardt, R. G., Holzhuter, M., Sandkuhl, O., Herold, V., Schnapp, J. D., Kuhlisch, E., and Walter, M., “Reliability and Properties of Ground Y-TZP-Zirconia Ceramics”, *Biomaterials&Bioengineering*, **81** [7], 487-491, 2002.
- [60] Oilo, M., Gjerdet, N. R., Tuinnereim, H., “The Firing Procedure Influences Properties of a Zirconia Core Ceramic, *Dental Materials*, **24**, 471-475, 2008.
- [61] Cattell, M. J., Clarke, R. L., Lynch, E. J. R., “The Biaxial Flexural Strength and Reliability of Four Dental Ceramics-Part II”, *Journal of Dentistry*, **25** [5], 409-414, 1997.
- [62] Guazzato, M., Mohammad, A., Ringer, S., Swain, M. V., “Strength, Fracture Toughness and Microstructure of a Selection of All-Ceramic Materials. Part II. Zirconia-based Dental Ceramics”, *Dental Materials*, **20**, 449-456, 2004.
- [63] Raigrodski, A. J., Chiche, G. J., Potiket, N., Hochstedler, J. L., Mohamed, S. E., Billiot, S., Mercante, D. E., “The Efficacy of Posterior Three-Unit Zirconium-Oxide-Based Ceramic Fixed Partial Dental Prostheses: A Prospective Clinical Pilot Study”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, **96** [4], 237-244, 2006.
- [64] Chen, Y., Smales, R. J., Yip, K. H. Sung, W., “Translucency and Biaxial Flexural Strength of Four Ceramic Core Materials”, *Dental Materials*, 2008.
- [65] Yılmaz, H., Aydın, C., Gül, B. E., “Flexural Strength and Fracture Toughness of Dental Core Ceramics”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, **98** [2], 120-128, 2007.

- [66] Apholt, W., Bindl, A., Lüthy, H., Mörmann, W. M., “Flexural Strength of Cerec 2 Machined and Jointed: InCeram-Alumina and Inceram-Zirconia Bars”, *Dental Materials*, **17**, 260-267, 2001.
- [67] Kosmac, T., Oblak, C., Jevnivar, P., “The Fracture and Fatigue of Surface-Treated Tetragonal Zirconia (Y-TZP) Dental Ceramics”, *Materials and Technology*, **41** [5], 237-241, 2007.
- [68] Rizkalla, A. S., Jones, D. W., “Mechanical Properties of Commercial High Strength Ceramic Core Materials”, *Dental Materials*, **20**, 207-212, 2004.
- [69] Luthardt, R., Holzhüter, M. S., Rudolph, H., Volker, H., Walter, M. H., “CAD/CAM Machining Effects on Y-TZP Zirconia” *Dental Materials*, **20**, 655-662, 2004.
- [70] Guazzato, M., Albakry, M., Wain, M. V., Ringer, S. P., “Microstructure of Alumina/Zirconia-Glass Infiltrated Dental Ceramics”, *Key Engineering Materials*, **240-242**, 879-882, 2003.
- [71] Tinschert, J., Natt, G., Mohrbotter, N., Spiekermann, H., Schulze. K., “Lifetime of Alumina and Zirconia Ceramics Used for Crown and Bridge Restoration”, *Wiley Interscience*, 2006.
- [72] Cattell, M. J., Knowles, J. C., Clarke, R. L., Lynch, E., “ The Biaxial Flexural Strength of Two Pressable Ceramic Systems”, *Journal of Dentistry*, **27** [3], 183-196, 1999.
- [73] Giardano, R. A., Pelletier, L., Campbell, S., Poher, R., “Flexural Strength of an Infused Ceramic, Glass Ceramic, and Feldspathic Porcelain”, *International Journal of Prosthodont.*, **73** [5], 411-418, 1995.
- [74] Esquivel-Upshaw, J. F., Chai, J., Sansano, S., Shonberg, D., “Resistance to Staining, Flexural Strength, and Chemical Solubility of Core Porcelain for All-Ceramic Crowns”, *Int. J. Prosthodont.*, **14** [3], 284-288, 2001.
- [75] Anonim, *Creative Ceramic Concepts & Procedures Zirconia*, NobelRondo Zirconia Katalogu, 21, Seweden, 2006.

- [76] Stamouli, K., *Fracture Resistance of Different Zirconia Three-Unit Posterior All-Ceramic Fixed Partial Dentures*, Doktora Tezi, Albert Ludwings University, Freiburg, 2006.
- [77] Raigrodski, A. J., "All-Ceramic Full Coverage Restorations: Concepts and Guidelines for Material Selection", *Pract. Proced. Aesthet. Dent.*, **17**, 249-256, 2005.
- [78] Denry, I. L., Rosenstiel, S. F., "*Phase Transformations in Feldspatic Dental Porcelains*", Bioceramics: Materials and Applications, 149-156, The American Ceramic Society, Westerville, 1995.
- [79] Piche, P. W., O'Brien, W. J., Groh, C. L., Boenke, K. M., "Leucite Content of Selected Dental Porcelains", *J. Biomed. Mater. Res.*, **28**, 603-609, 1994.
- [80] Vaidyanathan, T. K., Vaidyanathan, J., Prasad, A., "Properties of A New Dental Porcelain", *Scanning Microsc.*, **3**, 1023-1033, 1989.
- [81] McLean, J. W., Kedge, M. I., "High-Strength Ceramics", *Quintessence Int.*, **18**, 97-106, 1987.
- [82] O'Brien, W. J., "Magnesia Ceramic Jacket Crowns", *Dent. Clin. North Am.*, **29**, 719-724, 1985.
- [83] O'Brien, W. J., Groh, C. L., Boenke, K. M., Mora, G. P., Tien, T. Y., "The Strengthening Mechanism of a Magnesia Core Ceramic", *Dent. Mater.*, **9**, 242-245, 1993.
- [84] Morena, R., Lockwood, P. E., Evans, A. L., Fairhurst, C. W., "Toughening of Dental Porcelain by Tetragonal ZrO₂ Additions, *Journal of American Ceramic Society*, **69** [4], 75-77, 1986.
- [85] Kon, M., Kawano, F., Asaoka, K., Matsumoto, N., "Effects of Zirconia Addition on Fracture Toughness and Bending Strength of Dental Porcelains", *Dent. Mater. J.*, **9**, 181-192, 1990.
- [86] Seghi, R. R., Daher, T., Caputo, A., "Relative Flexural Strength of Dental Restorative Ceramics", *Dent. Mater.*, **6**, 181-184, 1990.

- [87] Grigoriadou, M., *Fracture Resistance of Three, Unit Posterior Zirconium Dioxide Fixed Partial Dentures: An in Vitro Study*, Doktora Tezi, Albert Ludwings University, Freiburg, 2006.
- [88] Heffernan, M. J., Aquilino, S. A., Diaz-Arnold, A. M., Haselton, D. R., Stanford, C. M., Vargas, M. A., “Relative Translucency of Six All-Ceramic Systems. Part 1: Core and Veneer Materials”, *J. Prosthet. Dent.*, **88**, 4-9, 2002.
- [89] Heffernan, M. J., Aquilino, S. A., Diaz-Arnold, A. M., Haselton, D. R., Stanford, C. M., Vargas, M. A., “Relative Translucency of Six All-Ceramic Systems. Part 1: Core and Veneer Materials”, *J. Prosthet. Dent.*, **88**, 10-15, 2002.
- [90] Campbell, S. D., “A Comparative Strength Study of Metal Ceramic and All-Ceramic Esthetic Materials: Modulus of Rupture”, *J. Prosthet. Dent.*, **62**, 476-479, 1989.
- [91] Seghi, R. R., Crispin, B. C., Mito, W., “The Effect of Ion Exchange on The Flexural Strength of Feldspathic Porcelains”, *Int. J. Prosthodont.*, **3**, 130-134.
- [92] Seghi, R. R., Denry, I. L., Rosenstiel, S. F., “Relative Fracture Toughness and Hardness of New Dental Ceramics”, *J. Prosthet. Dent.*, **74**, 145-50, 1995.
- [93] Seghi R. R., Sorensen, J. A., “Relative Flexural Strength of Six New Ceramic Materials”, *Int. J. Prosthodont.*, **8**, 239-246, 1995.
- [94] Grossman, D. G., Johnson, J. L. M., *Glass-Ceramic Compositions for Dental Constructs*, Patent No: 4652312, USA, 1987.
- [95] Adair, P. J. and Grossman, D. G., “The Castable Ceramic Crown”, *The Int. J. Periodontics Restorative Dent.*, 33-45, 1984.
- [96] Schweiger, M. H., Frank, M., “IPS Empress II. A New Pressable High-Strength Glass-Ceramic for Esthetic All-Ceramic Restorations”, *Quint. Dent. Technol.*, **22**, 143-151, 1999.
- [97] Quinn, J. B., Sundar, V., Lloyd, I. K., “Influence of Microstructure and Chemistry on the Fracture Toughness of Dental Ceramics”, *Dental Ceramics*, **19**, 603-611, 2003.

- [98] Sorensen, J. A., "The IPS Empress II System. Defining the Possibilities", *Quint. Dent. Technol.*, **22**, 153-163, 1999.
- [99] Esquivel-Upshaw, J. F., Anusavice, K. J., Young, H., Jones, J., Gibbs, C., "Clinical Performance of A Lithia Disilicate-Based Core Ceramic for Three-Unit Posterior FPDs.", *Int. J. Prosthodont.*, **17**, 469-475, 2004.
- [100] Magne, P., Belser, U., "Esthetic Improvements and InVitro Testing of In-Ceram Alumina and Spinell Ceramic", *Int. J. Prosthodont.*, **10**, 459-466, 1997.
- [101] McLaren, E. A., "All-Ceramic Alternatives to Conventional Metal-Ceramic Restorations", *Compend. Contin. Educ. Dent.*, **19**, 307-308, 310, 312, 1998.
- [102] Fradeani, M., Redemagni, M., "An 11-Year Clinical Evaluation of Leucite-Reinforced Glass-Ceramic Crowns: A Retrospective Study", *Quintessence Int.*, **33**, 503-510, 2002.
- [103] Giordano, R. A., Pelletier, L., Campbell, S., Poher, R., "Flexural Strength of an Infused Ceramic, Glass-Ceramic, and Feldspathic Porcelain", *J. Prosthet. Dent.*, **73**, 411-418, 1995.
- [104] Guazzato, M., Albakry, M., Swain, M. V., Ironside, J., "Mechanical Properties of In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia", *Int. J. Prosthodont.*, **15**, 339-346, 2002.
- [105] Wagner W. C., Chu, T. M., "Biaxial Flexural Strength and Indentation Fracture Toughness of Three New Dental Core Ceramics", *J. Prosthet. Dent.*, **76**, 140-144, 1996.
- [106] Sorensen J. A., Knode H., Torres T. J. "In-Ceram Bridge Technology" *Quint. Dent. Technol.*, **15**, 41-46, 1992.
- [107] McLaren, E. A., White, S. N., "Glass-Infiltrated Zirconia/Alumina-Based Ceramic for Crowns and Fixed Partial Dentures", *Pract. Periodontics Aesthet. Dent.*, **11** [8], 985-994, 1999.
- [108] Chong, K. H., Chai, J., Takahashi, Y., Wozniak, W., "Flexural Strength of In-Ceram Alumina and In-Ceram Zirconia Core Materials", *Int. J. Prosthodont.*, **15**, 183-188, 2002.

- [109]Anonim, *Directions for Use Fabrication of the Framework in the Slip Casting Technique*, All-Ceramics Systems Vita In-Ceram Alumina, VITA, 2005.
- [110]Rimmer, S., “Modern Dental Ceramics: An Overview”, *International Dentistry SA*, **8** [4], 32-40, 2006.
- [111]Anderson, M., Oden, A., “A New All-Ceramic Crown. A Dense-Sintered, High-Purity Alumina Coping with Porcelain”, *Acta. Odontol. Scand.*, **51** [1], 59-64, 1993.
- [112]Zeng, K., Oden, A., Rowcliffe, D., “Flexure Tests on Dental Ceramics”, *Int. J. Prosthodont.*, **9**, 434-439, 1996.
- [113]Piconi, C., Burger, W., Richter, H. G., Cittadini, A., Maccauro, G., Covacci, V., Bruzzese, N., Ricci, G. A., Marmo, E., “Y-TZP Ceramics For Artificial Joint Replacements”, *Biomaterials*, **19**, 1489-1494, 1998.
- [114]Piconi, C., Maccauro, G., “Zirconia as a Ceramic Biomaterial”, *Biomaterials*, **20**, 1-25, 1999.
- [115]Keith, O., Kusy, R. P., Whitley, J. Q., “Zirconia Brackets: An Evaluation of Morphology and Coefficients of Frictions”, *Am. J. Orthod. Dentofacial. Orthop.*, **106**, 605-614, 1994.
- [116]Meyenberg, K. H., Lüthy, H., Scharer, P., “Zirconia Posts: A New All-Ceramic Concept for Nonvital Abutment Teeth”, *J. Esthet. Dent.*, **7**, 73-80, 1995.
- [117]Kern, M., Wegner, S. M., “Bonding to Zirconia Ceramic: Adhesion Methods and Their Durability”, *Dent. Mater.*, **14**, 64-71, 1998.
- [118]Zalkind, M., Hochman, N., “Direct Core Build Up Using A Preformed Crown and Prefabricated Zirconium Oxide Post”, *J. Prosthet. Dent.*, **80**, 730-732, 1998.
- [119]Asmussen, E., Peutzfeldt, A., Heitmann, T., “Stiffness, Elastic Limit and Strength of Newer Types of Endodontic Posts”, *J. Dent.*, **27**, 275-278, 1999.
- [120]Hochman, N., Zalkind, M., “New All-Ceramic Indirect Post-and-Core System”, *J., Prosthet. Dent.*, **81**, 625-629, 1999.
- [121]Glauser, R., Sailer, I., Wohlwend, A., Studer, S., Schibli, M., Scharer, P., “Experimental Zirconia Abutments for Implant-Supported Single-Tooth

- Restorations In Esthetically Demanding Regions: 4-Year Results of a Prospective Clinical Study”, *Int. J. Prosthodont.*, **17**, 285-290, 2004.
- [122]Kohal, R. J., Klaus, G., “A Zirconia Implant-Crown System: A case Report”, *Int. J. Periodontics Restorative Dent.*, **24**, 147-153, 2004.
- [123]Christel P., Meunier, A., Heller, M., Torre, J. P., Peille, C. N., “Mechanical Properties and Short-Term In Vitro Evaluation of Yttrium-Oxide-Partially-Stabilized Zirconia”, *J., Biomed. Mater. Res.*, **23**, 45-61, 1989.
- [124]Raigrodski, A. J., “Contemporary All-Ceramic Fixed Partial Dentures: A Review of the Literature”, *J. Prosthet. Dent.*, **92**, 557-562, 2004.
- [125]<http://www.cercon-smart-ceramics.com/Zahntechniker/Zahntechniker.htm>.
- [126]<http://picasaweb.google.com/simplant100/3DScanners#5191662792498199650>.
- [127]<http://www.helbig-dental.de/services.php>.
- [128]<http://www.dentsply-india.com/product/Lab%20Products%20fixed.htm>.
- [129]http://www.asavanant.com/YZ_cube.jpg.
- [130]<http://www.white-peaks-dental.com>.
- [131]http://www.vident.com/product_t1.php?id_pages=84.
- [132]http://davidtosch.com/milling2_op_800x646.jpg.
- [133]http://www.ceramco.com/images/cercon_systems2.jpg.
- [134]Anonim, *Working Instructions Manufacturing Crown/Bridge Substructures*, Vita In-Ceram 2000 YZ Cubes for InLab, VITA, 2004.
- [135]Lide, D. R., "Zirconium", *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, **4**, CRC Press, New York, 2007.
- [136]Hannink, R. H. J., Kelly, P. M., Muddle, B. C., “Transformation Toughening in Zirconia-Containing Ceramics”, *J. Am. Ceram. Soc.*, **83** [3], 461-487, 2000.
- [137]Basu, B., “Toughening of Yttria-Stabilised Tetragonal Zirconia Ceramics”, *International Materials Reviews*, **50** [4], 239-256, 2005.
- [138]Hannink, R. H. J., Swain, M. V., “Progress in Transformation Toughening of Ceramics”, *Annu. Rev. Mater. Sci.*, **24**, 359-408, 1994.
- [139]Birkby, I., Stevens, R., “Applications of Zirconia Ceramics”, *Key Engineering Materials*, **122-124**, 527-552, 1996.

- [140]Standard, O., “*Application of Transformation-Toughened Zirconia Ceramics as Bioceramics*”, Doktora Tezi, University of New South Wales, Australia, 1995.
- [141]Stevens, R., “*An Introduction to Zirconia*”, Magnesium Electron Ltd., 1986.
- [142]Garvie, R. C., Hannink, R. H., Pascoe R. T., “Ceramic Steel”, *Nature*, **258**, 703-704, 1975.
- [143]Sundh, A., Sjögren, G., “Fracture Resistance of All-Ceramic Zirconia Bridges with Differing Phase Stabilizers and Quality of Sintering”, *Dental Materials*, **22**, 778-784, 2006.
- [144]Chevalier, J., “What Future for Zirconia as a Biomaterials”, *Biomaterials*, **27** [4], 535-543, 2006.
- [145]Sato, T. S., Shimada, M., “Transformation of Yttria-Doped Tetragonal ZrO₂ Polycrystals by Annealing In Water”, *J. Am. Ceram. Soc.*, **68**, 356-359, 1985.
- [146]Claussen, N., Schubert, H., Rühle, M., Petzow, G., *High-Strength and Temperature-Stable Formed Bodies of Zirconium Dioxide*, USA, Patent No: 4900492, 1990.
- [147]Hansen, P. A., West, L. A., “Allergic Reaction Following Insertion of a Pd-Cu-Au Fixed Partial Denture: A Clinical Report”, *J. Prosthodont.*, **6**, 144-148, 1997.
- [148]Covacci, V., Bruzzese, N., Maccauro, G., Andreassi, C., Ricci, G. A., Piconi, C., “In Vitro Evaluation of the Mutagenic and Carcinogenic Power of High Purity Zirconia Ceramic”, *Biomaterials*, **20**, 371-376, 1999.
- [149]Josset, Y., Oum Hamed, Z., Zarrinpour, A., Lorenzato, M., Adnet, J. J., Laurent-Maquin, D., “In Vitro Reactions of Human Osteoblast in Culture with Zirconia Alumina Ceramics”, *J. Biomed. Mater. Res.*, **47**, 481-493, 1999.
- [150]Tchikawa, Y., Akagawa, Y., Nikai, H., Tsuru, H., “Tissue Compatibility and Stability of A New Zirconia Ceramic in Vivo”, *J. Prosthet. Dent.*, **68**, 322-326, 1992.
- [151]Rimondini, L., Cerroni, L., Carraci, A., Torricelli, P., “Bacterial Colonization of Zirconia Ceramic Surfaces: An In Vitro and In Vivo Study”, *Int. J. Oral. Maxillofac. Implants*, **17**, 793-798, 2002.

- [152] Scarano, A., Piattelli, M., Caputi, S., Favero, G. A., Piattelli, A., “Bacterial Adhesion on Commercially Pure Titanium and Zirconium Oxide Disks”, *J. Periodontol.*, **75**, 292-296, 2004.
- [153] Kon, M., Kawano, F., Asaoka, K., Matsumoto, N., “Effect of Leucite Crystals on the Strength of Glassy Porcelain”, *Journal of Dental Materials*, **13 [2]**, 138-147, 1994.
- [154] Goldin, E. B., Boyd, N. W., Goldstein, G. R., Hittelman, E. L., Thompson, V. P., “Marginal Fit of Leucite-Glass Pressable Ceramic Restorations and Ceramic-Pressed-to-Metal Restorations”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, **93 [2]**, 143-147, 2003.
- [155] Albakry, M., Guazzato, M., Swain, M., Fracture Toughness, Microstructure and Toughening Mechanism of Leucite and Lithium Disilicate Glass Ceramics”, *Key Engineering Materials*, **240-242**, 955-958, 2003.
- [156] El-Meliegy, E. “Preparation and Characterization of Low Fusion Leucite Dental Porcelain”, *British Ceramic Transaction*, **102 [6]**, 2003.
- [157] Lee, H.H., “Strengthening of Feldspathic Dental Porcelain by Modification of Glass Matrix and Leucite Filler”, *Shikoku Dental Research*, **12 [1]**, 1-16, 1999.
- [158] Mackert, J. R., Butts, M. B., Fairhurst, C. W., “The Effect of the Leucite Transformation on Dental Porcelain Expansion”, *Dental Materials*, **2 [1]**, 32-36, 1986.
- [159] Lee, H. H., Kon, M., Asaoka, K., “Influence of Modification of Na₂O in a Glass Matrix on the Strength of Leucite Containing Porcelains”, *Journal of Dental Materials*, **16 [2]**, 134-143, 1997.
- [160] Ban, S., Matsuo, K., Mizutani, N., Tanikawa, H., Kalkawa, K., Hasegawa, J., “Effect of Cooling Condition on Leucite Crystals in Dental Porcelains”, *Journal of Dental Materials*, **18 [2]**, 137-143, 1999.
- [161] Mackert, J. R., Butts, M. B., Morena, R., Fairhurst, C. W., “Phase Changes in a Leucite-Containing Dental Porcelain”, *Journal of the American Ceramic Society*, **69 [4]**, 69-72, 1986.

- [162]Kom, M., Kawano, F., Asaoka, K., Matsumoto, N., “Effect of Leucite Crystals on the Strength of Glassy Phase”, *Journal of Dental Materials*, **13** [2], 138-147, 1994.
- [163]Mackert, J. R., Russel, C. M., “Leucite Crystallization During Processing of a Heat-Pressed Dental Ceramic”, *Int. J. Prosthodont.*, **9** [3], 2996.
- [164]Sheu, T., O’Brien, W. J., Rasmussen, S. T., Tien, T., “Mechanical Properties and Thermal Expansion Behavior in Leucite Containing Materials”, *Journal of Material Science*, **29** [1], 1994.
- [165]Cattel, M. J., Chadwick, T. C., Knowles, J. C., Clarke, R. L., Lynch, E., “Flexural Strength Optimization of a Leucite Reinforced Glass Ceramic”, *Dental Materials*, **17**, 21-33, 2001.
- [166]Rasmussen, S. T., Groh, C. L., O’Brien, W. J., “Stress Induced Phase Transformation of a Cesium Stabilised Leucite Porcelain and Associated Properties”, *Dental Materials*, **14**, 202-211, 1998.
- [167]Cesar, P. F., Yoshimura, H. N., Miranda, W. G., Okada, C. Y., “Correlation Between Fracture Toughness and Leucite Content in Dental Porcelains”, *Journal of Dentistry*, **33**, 721-729, 2005.
- [168]Zhang, B., Peng, B., Duan, X., Qian, F., Wu, B., “A New Technology of Microcrystallizing Leucite to Reinforce Dental Glass Ceramics”, *Journal of Wuhan University of Technology*, **19** [1], 94-95, 2004.
- [169]Zhang, B., Qian, F., Duan, X., Wu, B., “Study on Some Mechanism of Leucite Microcrystallization to Reinforce Dental Glass Ceramics”, *Int. J. Prosthodont.*, **37** [4], 260-264, 2002.
- [170]Mackert, J. R., Twiggs, S. W., Evans-Williams, A. L., “Isothermal Anneal Effect on Leucite Content in Dental Porcelains”, *Journal of Dental Research*, **74** [6], 1995.
- [171]Mackert, J. R., Evans, A. L., “Quantative X-Ray Diffraction Determination of Leucite Thermal Instability in Dental Porcelain”, *Journal of the American Ceramic Society*, **74** [2], 1991.

- [172]Mackert, J. R., Evans, A. L., “Effect of Cooling Rate on Leucite Volume Fraction in Dental Porcelains”, *Journal of Dental Research*, **70** [2], 1991.
- [173]Mackert, J. R., Twiggs, S. W., Russel, C. M., Williams, A. L., “ Evidence of a Critical Leucite Particle Size for Microcracking in Dental Porcelains”, *Journal of Dental Research*, **80** [6], 2001.
- [174]Shareef, M. Y., Noort, R. V., Messer, P. F., Piddock, V.,” The Effect of Microstructural Features on the Biaxial Flexural Strength of Leucite Reinforced Glass-Ceramics”, *Materials in Medicine*, **5** [2], 113-118, 2004.
- [175]Belli, E., “*Farklı Metal Porselen Alaşımların ve Tekrarlanan Fırınlamaların Dentin Porselenin Rengine Etkisi*”, Doktora Tezi, Selçuk Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, 1995.
- [176]Dalkız, M., “*Farklı Fırınlamaların Metal Porselen Bağlantısı Üzerindeki Rolü*”, Doktora Tezi, Gülhane Askeri Tıp Akademisi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, 1992.
- [177]Öztürk, Ö., “*Belirli Periyotlarda Tükürkle Temas Eden Dental Porselenlerin Tekrar Fırınlanmasıyla Oluşan Lüsit Kristalizasyonunun ve Termal Genleşme Katsayılarının Değerlendirilmesi*”, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, 2007.
- [178]Özkan, M., “*Lüsit ve Nefelin Siyanitin Değerlendirilmesi ve Diş Porseleni Yapımı*”, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2005.
- [179]Kınacıgil, G., “*Porselen Lamina Kaplamaların Hazırlanmasında Pişirme Sayısının Porselenin Kırılabilirliği Üzerine Etkisinin Karşılaştırılması Araştırılması*”, Doktora Tezi, Ege Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, 1993.
- [180]Öztaşı D., “*Porselen Jaket Kron Yapımında Uygulanan Çeşitli Kor Materyallerinin Mekanik Özelliklerinin Araştırılması*”, Doktora Tezi, Ankara Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, 1990.
- [181]Aydın, A., “*Düşük Ergime Sıcaklıklı Tam Dental Porselen Üretimi*”, Yüksek Lisans Tezi, Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2007.

- [182]Pamir, A. D., Bağış, B., Durkan, R., Köroğlu, A., “Tam Protez Kaide Plağı Kırılma Nedenlerinin Değerlendirilmesi”, *Cumhuriyet Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi*, **10 [1]**, 64-68, 2007.
- [183]Taşveren, S., Özdemir, A. K., “Yüksek Miktarda Alümina ile Güçlendirilmiş Metal Desteksiz Porselen Sistemleri”, *Cumhuriyet Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi Dergisi*, **8 [2]**, 128-132, 2005.
- [184]Küçük, M., “Aliminos Porselen Destekli Seramiklerle Kaplanmış Üst Kaninde Termal Gerilme Analizi”, *DEÜ Mühendislik Fakültesi Fen ve Mühendislik Dergisi*, **4 [1]**, 79-88, 2002.
- [185]Zahran, M., El-Mowafy, O., Tam, L., Watson, P. A., Finer, Y., “Fracture Strength and Fatigue Resistance of All-Ceramic Molar Crowns Manufactured with Cad/Cam Technology”, *American Collage of Prosthodontist* (in pres).
- [186]Celik, G., Uludağ, B., Usumez, A., Sahin, V., Ozturk, O., Gurkan G., “The Effect of Repeated Firings on the Color of an All-Ceramic System with Two Different Veneering Porcelain Shades”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, **99 [3]**, 203-208, 2008.
- [187]Dozic, A., Kleverlaan, J., Meegdes, M., Zel, J., Feilzer, A.J., “The Influence of Porcelain Layer Thickness on the Final Shade of Ceramic Restorations”, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, **90 [6]**, 563-570, 2003.
- [188]Wen, M. Y., Mueller, H. J., Chai, J., Wozniak, W. T., “Comparative Mechanical Property Characterization of 3 All-Ceramic Core”, *Int. J. Prosthodont.*, **12 [6]**, 534-541, 1999.
- [189]Herrero, A. A., Sierraalta, M., Razzoog, M. E., “Flexural Strength of Several Porcelain Systems for Zirconium Ceramics”, *J. Dent. Res.*, 85, 2006.
- [190]Farsi, S., Giordano, R., Pober, R., “Flexure Strength of Yttria Partially Stabilized Colored/Un-colored Zirconia”, ADEA/AADR/CADR Meeting & Exhibition, Dental Materials: III-Ceramics and Cements Program, http://iadr.confex.com/iadr/2006Orld/techprogram/abstract_76175.htm, 2006.

- [191] Cattell, M. J., Clarke, R. L., Lynch, E. J. R., "The Transverse Strength, Reliability and Microstructural Features of Four Dental Ceramics-Part I", *Journal of Dentistry*, **25** (5), 399-407, 1997.
- [192] Magne, P., Oh, W.S., Pintado, M. R., DeLong, R., "Wear of Enamel and Veneering Ceramics After Laboratory and Chairside Finishing Procedures", *Int. J. Prosthodont.*, **82** [6], 669-679, 1999.
- [193] Antonson, S.A., Anusavice, K.J., "Contrast Ratio of Veneering and Core Ceramics as a Function of Thickness", *Int. J. Prosthodont.*, **14** [4], 316-320, 2001.
- [194] Carossa, S., Lombardo, S., Pera, P., Corsalini, M., Rastello, M. L., Preti, P. G., "Influence of Posts and Cores on Light Transmission through Different All-Ceramic Crowns: Spectrophotometric and Clinical Evaluation", *Int. J. Prosthodont.*, **14** [1], 9-14, 2001.
- [195] Ohyama, T., Yoshinari, M., Oda, Y., "Effects of Cyclic Loading on the Strength of All-Ceramic Materials", *Int. J. Prosthodont.*, **12** [1], 28-31, 1999.
- [196] Al-Hiyasat, A. S., Saunders, W. P., Smith, G. M., "Three-Body Wear Associated with Three Ceramics and Enamel", *J. Prosthet. Dent.*, **82** [4], 476-481, 1999.
- [197] Risito, C., Lüthy, H., Loeffel, O., Scharer, P., "The Chemical Solubility and Stability of Low-Melting Dental Porcelains", *Int. J. Prosthodont.*, **105** [5], 611-616, 1995.
- [198] Clelland, N. L., Agarwala, V., Knobloch, L. A., Seghi, R. R., "Relative Wear of Enamel Opposing Low-Fusing Porcelain", *Journal of Prosthodontics*, **12** [3], 168-175, 2003.
- [199] Wang, H., Isgro, Giuseppe, Pallav, P., Feilzer, A. J., "Influence of Test Methods on Fracture Toughness of a Dental Porcelain and a Soda Lime Glass", *Journal of American Ceramic Society*, **88** [10], 2868-2873, 2005.
- [200] Sobrinho, C. L., Catell, M. J., Knowles, J. C., "Fracture Strength of All-Ceramic Crowns", *Journal of Material Science: Materials in Medicine*, **9**, 555-559, 1998.

- [201] Lüthy, H., Filser, F., Loeffel, O., Schumacher, M., Gauckler, L. J., Hammerle, C. H. F., “Strength and Reliability of Four-Unit All-Ceramic Posterior Bridges”, *Dental Materials*, **21**, 930-937, 2005.
- [202] Albakry, M., Guazzato, M., Swain, M. V., “Fracture Toughness and Hardness Evaluation of There Pressable All-Ceramic Dental Materials”, *Journal of Dentistry*, **31**, 181-188, 2003.
- [203] Studart, A. R., Filser, F., Kocher, P., Lüthy, H., Gauckler, L. J., “Mechanical and Fracture Behavior of Veneer-Framework Composites for All-Ceramic Dental Bridges”, *Dental Materials*, **23**, 115-123, 2007.
- [204] Anonim, *Tam Porselenler ve CAD-CAM Teknolojisi*, <http://www.sevimtitan.com.tr>, 2006.
- [205] Liu, P. R., “A Panorama of Dental CAD/CAM Restorative Systems”, *Compendium*, **26 [7]**, 507-513, 2005.
- [206] Guazzato, M., Quach, L., Albakry, M., Swain, M. V., Influence of Surface and Heat Treatments on the Flexural Strength of Y-TZP Dental Ceramic”, *Journal of Dentistry*, **33**, 9-18, 2005.
- [207] Zarone, F., Sorrentino, R., Vaccaro, F., Traini, T., Russo, S., Ferrari, M., “Acid Etching Surface Treatment of Feldspathic, Alumina and Zirconia Ceramics: A Micro-Morphological SEM Analysis”, *International Dentistry*, **1 (2)**,
- [208] Denry, I. L., Holloway, J. A., “Microstructural and Crystallographic Surface Changes After Grinding Zirconia-Based Dental Ceramics”, Wiley Interscience, 2005.
- [209] Kosmač, T., “The Effect of Dental Grinding and Sandblasting on the Biaxial Flexural Strength and Weibull Modulus of Tetragonal Zirconia”, *Key Engineering Materials*, **254-256**, 683-686, 2004.
- [210] Kosmač, T., Dakskobler, A., Oblak, Č., Jevnikar, P., “The Strength and Hydrothermal Stability of Y-TZP Ceramics for Dental Applications”, *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, **4 [2]**, 164-174, 2007.

- [211]Luthardt, R. G., Holzhüter, M., Sandkuhl, O., Herold, V., Schnapp, J. D., Kuhlisch, E., Walter, M., “Reliability and Properties of Ground Y-TZP-Zirconia Ceramics”, *J. Dent. Res.*, **81** [7], 487-491, 2002.
- [212]Částková, K., Hadraba, H., Cihlár, J., “Hydrothermal Ageing of Tetragonal Zirconia Ceramics”, *Ceramics-Silikáty*, 48 [3], 85-92, 2004.
- [213]Fischer, J., Grohmann, P., Stawarczyk, B., “Effect of Zirconia Surface Treatment on the Shear Strength of Zirconia/Veneering Ceramic Composites”, *Dental Materials Journal*, **27** [3], 448-454, 2008
- [214]Anonim, *Technical Instructions, Noritake Cerabien CZR*, Noritake Dental Supply Co., 2005.
- [215]Tekeli, S., “Fracture Toughness (K_{IC}) Hardness, Sintering and Grain Growth Behaviour of 8YSCZ/ Al_2O_3 Composites Produced by Colloidal Processing”, *Journal of Alloys and Compounds*, **391**, 217-224, 2005.
- [216]Leon, B. A., Morikawa, Y., Kawahara, M., Mayo, M. J., “Fracture Toughness of Nanocrystalline Tetragonal Zirconia with Low Ytria Content”, *Acta Materialia*, **50**, 4555-4562, 2002.
- [217]Gupta, N., Mallik, P., Basu, B., “Y-TZP Ceramics with Optimized Toughness: New Results”, *Journal of Alloys and Compounds*, **379**, 228-232, 2004.
- [218]Scherrer, S.S., Denry, I.L., Anselm Wiskott, H.W., “Comparison of Three Fracture Toughness Testing Techniques Using A Dental Glass and A Dental Ceramic”, *Dent. Mater*, **14**, 246-255, 1998.
- [219]Reed, J. S., *Principles of Ceramic Processing*, John Wiley & Sons, New York, 1995.
- [220]Richerson, D. W., *Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing and Use in Design*, Marcel Dekker, New York, 1992.
- [221]Kang, S. J. L., *Sintering: Densification, Grain Growth and Microstructure*, Elsevier Butterworth-Heinemann, Amsterdam, 2005.
- [222]Rahaman, M. N., *Ceramic Processing and Sintering*, Taylor & Francis, 2003.
- [223]Randall, G. M., *Sintering Theory and Practice*, John Wiley & Sons, New York, 1996.

- [224]Erdelt, K., Beuer, F., Schweiger, J., Eichberger, M., Gernet, W., “Flexural Strength of Milled White-Body Zirconia”, *Quintessenz Zahntech*, **30 [9]**, 942-954, 2004.
- [225]Ishgi, A. A., Giordano, R., Pober, R., “The Effect of Different Treatments on Zirconia-Ceramics’ Flexural Strength”, ADEA/AADR/CADR Meeting&Exhibition, Dental Materials: III-Ceramics and Cements Program, http://iadr.confex.com/iadr/2006Orld/techprogram/abstract_74014.htm, 2006.
- [226]Hjerpe, J. I., Lassila, L. V., Narhi, T., Vallittu, P., “Effect of Compressing Load in Manufacturing Green-Stage Zirconium Dioxide” http://iadr.confex.com/iadr/israel07/techprogram/abstract_96946.htm.
- [227]Nath, S., Bajaj, S., Basu, B., “Microwave-Sintered MgO-Doped Zirconia with Improved Mechanical and Tribological Properties”, *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2008 (In Press).
- [228]Nath, S., Sinha, N., Basu, B., “Microstructure, Mechanical and Tribological Properties of Microwave Sintered Calcia-Doped Zirconia for Biomedical Applications”, *Ceramics International*, **34**, 1509–1520, 2008.
- [229]Bruscella, A., Ferioli, L., Plizza, B., Scaglioni, R., “Use of Cerium Oxide as Decolorant in the Glass Industry”, *International Glass Journal*, **105**, 2000.
- [230]O’Brien, W. J., Boenke, K. M., Linger, J. B., Groh, C. L., “Cerium Oxide as a Silver Decolorizer in Dental Porcelains”, *Dental Materials*, **14**, 365-369, 1999.
- [231]Kwok, S.Y., Botelho, M., “The Effect of Combining Opaquing Powders with Feldspathic Porcelain”, IADR General Session & Exhibition, Dental Materials: III-Ceramics and Cements Program, http://iadr.confex.com/iadr/2006Brisb/techprogram/abstract_82338.htm, 2006.
- [232]Nik Mohd Polo Kinin, N. M., Wan Mohd Arif, W. I., Zainal Arifm, A., “Study on the Effect of Y₂O₃ Addition to the Fluorescent Property of Dental Porcelain”, *Med. J. Malaysia*, **59**, 23-24, 2004.
- [233]Anonim, *Working Instructions*, “VITA VM9 Veneering Material”, VITA, 2005.
- [234]Taylor, D., Henderson, M. B., “The Thermal Expansion of the Leucite Group of Minerals”, *The American Mineralogist*, **53**, 1968.