

**T.C.  
MANİSA CELAL BAYAR ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI  
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ BİLİM DALI**

**İŞLENEBİLİR LÖSİT ESASLI CAM-SERAMİKLERİN ÜRETİMİ VE  
KARAKTERİZASYONU**

**Elif Sıla ERGANİ**

**Danışman  
Doç. Dr. Emre YALAMAÇ**

**II. Danışman  
Doç. Dr. Mücahit SÜTÇÜ**



**MANİSA-2018**

## TEZ ONAYI

Elif Sıla ERGANİ tarafından hazırlanan "İşlenebilir Lösit Esaslı Cam-Seramiklerin Üretimi ve Karakterizasyonu" adlı tez çalışması 17/07/2018 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri önünde Manisa Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak başarı ile savunulmuştur.

**Danışman**

**Doç. Dr. Emre YALAMAÇ**  
Manisa Celal Bayar Üniversitesi



**II. Danışman**

**Doç. Dr. Mücahit SÜTÇÜ**  
İzmir Katip Çelebi Üniversitesi



**Jüri Üyesi**

**Prof. Dr. Sedat AKKURT**  
İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü



**Jüri Üyesi**

**Dr. Öğr. Üyesi İlker POLATOĞLU**  
Manisa Celal Bayar Üniversitesi



**Jüri Üyesi**

**Dr. Öğr. Üyesi Seçil ÇELİK ERBAŞ**  
Manisa Celal Bayar Üniversitesi



## **TAAHHÜTNAME**

Bu tezin Manisa Celal Bayar Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'nde, akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını ve kullanılan tüm literatür bilgilerinin referans gösterilerek tezde yer aldığını beyan ederim.

**Elif Sıla ERGANİ**



# İÇİNDEKİLER

	Sayfa
İÇİNDEKİLER .....	I
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	IV
TABLO DİZİNİ .....	VII
TEŞEKKÜR.....	VIII
ÖZET.....	IX
ABSTRACT.....	X
1. GİRİŞ .....	1
2. GENEL BİLGİLER .....	3
2.1. Cam-Seramiklerin Avantajları .....	3
2.2. Cam-Seramiklerin Oluşumu.....	7
2.2.1. Çekirdeklenme .....	8
2.2.2. Kristal Büyümesi .....	10
2.3. Cam-Seramiklerin Uygulamaları .....	12
3. DENTAL CAM-SERAMİKLER.....	14
3.1. Lösit Esaslı Cam-Seramikler.....	14
3.2.1. Lösit Kristal Fazı .....	15
3.2. CAD/CAM Uygulamaları .....	19
4. MATERYAL VE YÖNTEMLER.....	21
4.1. Kullanılan Hammaddeler .....	21
4.1.1. Feldspat.....	21
4.1.2. Ferro Frit.....	23
4.1.3. Lityum Karbonat.....	23
4.1.4. Amonyum Biflorit.....	24
4.1.5. Titanyum Dioksit .....	24
4.1.6. Potasyum Karbonat.....	24
4.1.7. Diğerleri .....	24
4.2. Yöntem .....	24
4.2.1. Frit Üretimi .....	24
4.2.2. Fritlerin Karakterizasyonu .....	26
4.2.2.1. Dilatometrik Analiz .....	26

4.2.2.2. Faz Analizi .....	26
4.2.2.3. Mikroyapı Görüntüleme .....	26
4.2.2.4. Toz Tane Boyutu Analizi .....	26
4.2.2.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) .....	26
4.3. Fritlerin Şekillendirilmesi.....	27
4.4. Isıl İşlem Rejimleri .....	27
4.5. Üretilen ve Ticari Cam-Seramiklerin Test ve Karakterizasyonları .....	31
4.5.1. Arşimed Metodu ile Yoğunluğun Ölçülmesi.....	32
4.5.2. Faz Analizleri.....	32
4.5.3. Dilatometrik Analizler .....	32
4.5.4. Mikroyapısal Karakterizasyon .....	32
4.5.5. Mekanik Testler .....	33
4.5.5.1. Biaksiyal Eğme Testi.....	33
4.5.5.2. Sertlik Testi .....	35
4.5.5.3. Ultrason Ses Dalgası Tekniği ile Elastisite Modülü ve Poisson Oranı Hesabı.....	35
4.5.5.4. İz Kırığı Tokluğu Testi .....	37
4.5.5.5. İşlenebilirlik Testi.....	37
5. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA .....	38
5.1. Fritlerin Karakterizasyonu.....	38
5.1.1. Termal Analizler .....	38
5.1.2. X-Işını Floresans (XRF) Analizi.....	39
5.1.3. X-Işını Kırınım (XRD) Analizi .....	40
5.1.4. Tozların Tane Boyut Analizi ve Morfoloji İncelemesi.....	40
5.1.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC) .....	41
5.2. Cam-Seramik Malzemelerin Karakterizasyonu .....	42
5.2.1. Arşimed Yoğunluğu.....	42
5.2.2. Kristalografik İnceleme ve Faz Analizleri.....	43
5.2.3. Dilatometrik Analizler .....	48
5.2.4. Mikroyapısal Analizler .....	52
5.2.5. Mekanik Testleri .....	63
5.2.5.1. Biaksiyal Eğme Test Sonuçları .....	63
5.2.5.2. Vickers Sertlik Test Sonuçları.....	66

5.2.5.3. Ultrason Ses Dalgası Tekniđi ile Elastisite Modülü ve Poisson Oranı Sonuçları.....	67
5.2.5.4. İz Kırığı Tokluğu Sonuçları.....	68
5.2.5.5. İşlenebilirlik Test Sonuçları .....	70
6. SONUÇLAR .....	71
KAYNAKLAR .....	73
ÖZGEÇMİŞ.....	76



## ŞEKİLLER DİZİNİ

### Sayfa

Şekil 1.1. Dental cam-seramikler. ....	1
Şekil 2.1. Cam-seramik kristalizasyonu .....	7
Şekil 2.2. Çekirdeklenme hızı ve kristal büyümesi arasındaki ilişki .....	8
Şekil 2.3. Camdan yapıdan cam-seramik yapıya geçiş .....	9
Şekil 2.4. İç çekirdeklerin oluşmadığı bir cam yapısında kristallenme davranışı.....	9
Şekil 2.5. Sıralanmış cam kürelerinin boyun oluşturması için kısa bir süre sinterlenmesi ile elde edilen mikroyapı.....	11
Şekil 3.1. $\text{SiO}_2\text{-K}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3$ üçlü faz diyagramı .....	15
Şekil 3.2. Lösit tek kristali ve tetragonal lösit kristal yapısı .....	16
Şekil 3.3. Farklı yöntemlerle sinterlenmiş lösit kristallerinin SEM görüntüleri.....	16
Şekil 3.4. $\text{K}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ üçlü faz sisteminde birincil kristalin faz alanları.....	17
Şekil 3.5. $\text{K}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ faz sisteminde bulunan $\text{SiO}_2\text{-K}_2\text{O}\cdot 4\text{SiO}_2$ $\text{-K}_2\text{O}\cdot \text{Al}_2\text{O}_3\cdot 6\text{SiO}_2$ üçgenindeki ve $\text{K}_2\text{O}\cdot 4\text{SiO}_2\text{-K}_2\text{O}\cdot 2\text{SiO}_2\text{-}$ $\text{K}_2\text{O}\cdot \text{Al}_2\text{O}_3\cdot 6\text{SiO}_2$ üçgenindeki kristalizasyon yolları.....	18
Şekil 3.6. Ticari dental cam-seramik bloklar. ....	20
Şekil 3.7. Klinik uygulamalarda kullanılan işlenebilir lösit esaslı cam-seramiğin klinik uygulaması .....	20
Şekil 4.1. Feldspat hammaddesinin XRD faz analizi.....	22
Şekil 4.2. K-Feldspat hammaddesinin tane boyutu analiz grafiği .....	23
Şekil 4.3. Frit üretim prosesi. ....	25
Şekil 4.4. Vakumsuz sinterleme fırını. ....	27
Şekil 4.5. Vakumlu Porselen pişirme fırını. ....	28
Şekil 4.6. Biakşşyal eğme test aparatı .....	33
Şekil 4.7. Biaksiyal test aparatı. ....	34
Şekil 4.8. Ultrason ses dalgası tekniği ile elastisite modülü değerinin hesaplanması için üretilen cam-seramik plaka. ....	35
Şekil 4.9. Ultrason ses dalgası testi.....	36
Şekil 5.1. A ve B Frit dilatometrik analizi. ....	39
Şekil 5.2. A ve B Fritlerinin XRD grafiği.....	40

Şekil 5.3. A fritin a) 1000X ve b) 5000X büyütmelerde SEM görüntüleri, B fritin c) 1000X ve d) 5000X büyütmelerde SEM görüntüleri.....	40
Şekil 5.4. a) A ve b) B fritlerinin tane boyut analizleri.....	41
Şekil 5.5. Frit A ve B'nin DSC grafiği. ....	42
Şekil 5.6. Ticari Blokların X-ışını Kırınım Analizi. ....	44
Şekil 5.7. a) A-600/60-970/0, A-680/60-970/0, A-680/60X-970/0X, A-700/60-970/0, A-725/60-970/0 ve A-750/60-970/0 kodlu örneklerin XRD grafiği, b) Vakumlu (A-680/60-970/0) ortam ile vakumsuz (A-680/60X-970/0X) ortamda sinterlenen cam-seramiklerin XRD grafiklerinin karşılaştırılması. ....	45
Şekil 5.8. A-680/60-900/0, A-680/120-900/0, A-680/180-900/0 kodlu örneklerin XRD grafiği.....	46
Şekil 5.9. A-680/120-850/30, A-680/120-900/0, A-680/120-900/5, A-680/120-900/15, A-680/120-900/30, A-680/120-950/0 kodlu örneklerin XRD grafiği.....	46
Şekil 5.10. B frit ile üretilen ve kristallenme sıcaklığında (850 °C) 5 dakika bekleme yapılan örneklerin XRD grafiği. ....	47
Şekil 5.11. B frit ile üretilen ve kristallenme sıcaklığında (850 °C) 15 dakika bekleme yapılan örneklerin XRD grafiği. ....	48
Şekil 5.12. Ticari dental cam-seramik blokların dilatometrik analizi.....	49
Şekil 5.13. A Frit ile üretilen A-680/120-900/30 kodlu örneğin dilatometrik eğrisi. ....	49
Şekil 5.14. Dental cam-seramiklerin optik mikroskop görüntüleri: a) Ivoclar IPS Empress CAD b) Vita Mark II, c) Sirona Cerec Blocs. ....	53
Şekil 5.15. Dental cam-seramiklerin SEM görüntüleri: a) Ivoclar IPS Empress CAD b) Vita Mark II, c) Sirona Cerec Blocs ....	54
Şekil 5.16. Ivoclar IPS Empress CAD ticari numunenin mikroyapısında bulunan lösit kristalleri. ....	55
Şekil 5.17. a) A-600/60-970/0 b) A-680/60-970/0 c) A-700/60-970/0 d) A-725/60 970/0 0 f) A-750/60-970/0 kodlu öreklerin 5000X büyütmede SEM görüntüleri ile e) A-725/60-970/0 kodlu örneğin 22000X büyütmede g) A-750/60-970/0 kodlu örneğin 13000X büyütmedeki SEM görüntüsü... ..	56
Şekil 5.18. A-680/60X-970/0X kodlu örneğin 1000X büyütmede SEM görüntüsü..	57
Şekil 5.19. a) A-680/60-900/0 ile b) A-680/120-900/0 c) A-680/180-900/0 Optik Mikroskop görüntüleri. ....	58



Şekil 5.20. Farklı ısıl işlemler uygulanmış A frit SEM görüntüleri a) A-680/120-850/15 b) A-680/120-850/30 c) A-680/120-900/0 d) A-680/120-900/5 e) A-680/120-900/15 f) A-680/120-900/30 g) A-680/120-950/0. ....	59
Şekil 5.21. Farklı ısıl işlemler uygulanmış B frit SEM görüntüleri a) B-600/60-850/10 b) B-640/60-850/5 c) B-680/60-850/5 d) B-600/60-850/15 e) B-640/60-850/15 f) B-680/60-850/15.....	60
Şekil 5.22. %10 alümina içeren A-680/120-850/30 kodlu örneğin XRD grafiği. ....	61
Şekil 5.23. %20 alümina içeren A-680/120-850/30 kodlu örneğin XRD grafiği. ....	62
Şekil 5.24. HV0,5 yük uygulanarak oluşturulmuş örnek için vickers iz ile palmqvist çatlak görüntüleri. ....	68
Şekil 5.25. A frit ve B frit ile işlenmiş santral ve azı diş görüntüleri.....	70

## TABLO DİZİNİ

	<b>Sayfa</b>
Tablo 2.1. Cam-seramiklerin özellikleri .....	4
Tablo 2.2. Cam-seramiklerin özellikle tercih edilen kombinasyonları .....	5
Tablo 4.1. Feldspat hammaddesinin kimyasal analizi. ....	21
Tablo 4.2. Frit reçetelerinin oksit içerikleri. ....	25
Tablo 4.3. A fritin değişken birinci basamak sıcaklığına bağlı ısıtma işlem rejimleri. ...	29
Tablo 4.4. Birinci basamak (step) bekleme süresinin belirlenmesi. ....	29
Tablo 4.5. İkinci basamak (step) bekleme sıcaklığının ve süresinin belirlenmesi. ....	30
Tablo 4.6. B frit için uygulanan ısıtma işlem rejimleri. ....	31
Tablo 5.1. Üretilen A ve B fritlerin kimyasal kompozisyonu. ....	39
Tablo 5.3. A frit ile üretilen cam-seramiklerin ısıtma genişleme katsayıları (CTE), camsı geçiş sıcaklıkları (T <sub>g</sub> ) ve yumuşama noktaları (T <sub>s</sub> ).....	50
Tablo 5.4. B frit ile üretilen cam-seramiklerin ısıtma genişleme katsayıları (CTE), camsı geçiş sıcaklıkları (T <sub>g</sub> ) ve yumuşama noktaları (T <sub>s</sub> ).....	51
Tablo 5.5. A frit ile üretilen cam-seramiklerin biaksiyel eğme dayanımları. ....	64
Tablo 5.6. B frit ile üretilen cam-seramiklerin biaksiyel eğme dayanımları. ....	65
Tablo 5.7. A frit ile üretilen cam-seramiklerin vickers sertlik testi sonuçları.....	66
Tablo 5.8. B frit ile üretilen cam-seramiklerin vickers sertlik testi sonuçları.....	67
Tablo 5.9. A frit ile üretilen cam-seramiklerin iz kırığı tokluğu sonuçları. ....	69

## TEŞEKKÜR

Çalışmamın her aşamasında bana destek olan, bilgi ve tecrübesi ile lisansüstü öğrenim hayatımın tüm zorlu aşamalarında maddi manevi her yönden yardımcı olan, tecrübeleri ile beni aydınlatan ve desteğini hiç eksik etmeyen, kendilerini tanımaktan büyük onur duyduğum değerli hocalarım Doç. Dr. Emre YALAMAÇ ve Doç. Dr. Mücahit SÜTÇÜ'ye, yüksek lisans eğitimim sırasında her türlü imkân ve desteği veren Atlas-Enta Dişçilik Sanayi ve Ticaret A.Ş. yönetimi, Ar-Ge müdürüm Gözde TÜNAYDIN ve çalışma arkadaşım Aytaç ÇİDEM'e, çalışma kapsamında gerçekleştirilen testlerde kullanılan tüm kalıpların üretimi için Teknik Bölüm Şefi Kadri Ünal SUSAN'a, çalışmalarına katkı ve yardımlarından dolayı İzmir Katip Çelebi Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği araştırma görevlisi Saadet GÜLER ve bölüm öğrencisi Elif ERAYIK'a, ultrason ses dalgası tekniğinde bize yardımcı olan Gedik Test Merkezi Sorumlusu Ayhan ÖZEN'e, tüm çalışmam boyunca yardımlarını esirgemeyen Manisa Celal Bayar Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümü araştırma görevlisi İlyas Türkmen ve Makine Mühendisliği bölümü teknisyeni Gökhan EYİCİ'ye, Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimine 2017-091 numaralı BAP projesi ile tezime katkılarından dolayı ve ayrıca çalışmalarım sırasında manevi desteğini her zaman hissettiğim değerli arkadaşım Gıda Mühendisi Büşra YAŞAR'a, öğrenim hayatım boyunca beni maddi ve manevi olarak destekleyen ve hep yanımda olan babam Ali ERGANİ, annem Meral ERGANİ ve kız kardeşim Gizem Çağla ERGANİ'ye, dolayı yürekten teşekkür ederim.

Elif Sıla ERGANİ  
Manisa, 2018

## ÖZET

### Yüksek Lisans Tezi

### Lösit Esaslı İşlenebilir Cam-Seramiklerin Üretimi ve Karakterizasyonu

Elif Sıla ERGANİ

Manisa Celal Bayar Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Emre YALAMAÇ

II. Danışman: Doç. Dr. Mücahit SÜTÇÜ

Bu çalışmanın amacı; dental uygulamalar için işlenebilir lösit esaslı cam-seramiklerin üretilmesi ile kimyasal, morfolojik, termal ve mekanik karakterizasyonlarının yapılmasıdır.

Cam-seramik malzemeler amorf ve kristal fazlardan oluşan ve dental uygulamalarda yoğun bir şekilde kullanılan malzemelerdir. Dental uygulamalar için önem taşıyan doğal görünüme ve mekanik özelliklere etkisi açısından daha avantajlı olan anortit, mika, sanidin, lösit ya da lityum disilikat esaslı yapılar tercih edilmektedir. Ülkemizde lösit esaslı cam-seramiklerin blok halinde üretimi yapılmamaktadır. Bu çalışmanın, bilimsel olarak özgün, endüstriyel olarak uygulanabilir ve cam-seramik blokların yüksek katma değere sahip ürünlere dönüştürülmesi konusunda önemli bir ihtiyacı karşılamaya yönelik olduğu düşünülmektedir. Bu çalışmada; hazırlanan fritlere farklı ısıl işlemler uygulayarak feldspatik esaslı lösit kristal fazını oluşturmak ve oluşan cam-seramik yapıyı kimyasal, termal, mikroskopik ve mekanik yönlerinden karakterize etmek hedeflenmiştir. Bu kapsamda lösit esaslı cam-seramiklerin üretimi için uygun frit kompozisyonları belirlenerek farklı katkıları içeren iki adet frit üretilecektir. Bu fritler yoğun öğütme kullanılarak ince toz haline getirilmiştir. Üretilen frit tozlarının, fiziksel ve termal özellikleri incelenmiş ve daha sonra frit tozu kuru pres yöntemi kullanılarak blok formunda şekillendirilerek ve bu bloklara farklı ısıl işlem rejimleri uygulanarak kristallenmeleri sağlanmıştır.

Üretilen cam-seramikler farklı analiz ve testlerle karakterize edilecektir. Böylece elde edilecek veriler ile ithal ürünlerin yerini alabilecek daha düşük maliyetli yerli cam-seramiklerin üretilebilmesi detaylı olarak araştırılmış olacaktır.

**Anahtar Kelimeler:** (Lösit, cam-seramik, frit, kristallenme, karakterizasyon)

2018, 76 sayfa

## **ABSTRACT**

**M.Sc. Thesis**

### **Production and Characterization of Machinable Leucite-Based Glass-Ceramics for Dental Applications**

**Elif Sıla ERGANİ**

**Manisa Celal Bayar University  
Graduate School of Applied and Natural Sciences  
Department of Metallurgical and Materials Engineering**

**Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Emre YALAMAÇ**

**Co-Supervisor: Assoc. Prof. Dr. MÜCAHİT SÜTÇÜ**

The aim of this project is to produce leucite-based glass-ceramics for dental applications and to make chemical, morphological, thermal and mechanical characterization of them.

Glass-ceramic materials are materials which are composed of amorphous and crystalline phases and intensively used in dental applications. Structure based anorthite, mica, sanidine, leucite or lithium disilicate which are more favorable due to their effects on natural appearance and mechanical properties having a big importance for dental applications are preferred. In Turkey, leucite-based glass-ceramics are not produced in block form. It is thought that this project is scientifically unique, industrially applicable, and meets a major need for converting glass ceramic blocks into high added-value products. In this study; it is aimed to produce feldspathic based leucite crystal phase by applying different heat treatments to the prepared frits and to characterize the formed glass-ceramic structure by its chemical, thermal, microscopic and mechanical aspects.

In this context, two frits containing different additives produced by determining suitable frit compositions for producing leucite-based glass-ceramics. These frits will be pulverized into fine powder using intensive grinding. The physical and thermal properties of the produced frit powder examined. After that, the frit powder formed into block forms by using dry press method and then crystallization of these blocks provided by applying different heat treatment regimes to them.

The produced glass-ceramics will be characterized by different analyses techniques. In this way, production of low cost native glass-ceramics that can replace imported products will be investigated in detail with obtained data.

**Keywords: (Leucite, glass-ceramic, frit, crystallization, characterization)**

**2018, 76 pages**

## 1. GİRİŞ

Cam-seramikler dental uygulamalarda, doğal görünümlü diş restorasyonlarında uygun estetik görünüm, yüksek mukavemet, kimyasal kararlılık ve kalıcılık gibi avantajlı özellikleri nedeniyle tercih edilir. Cam-seramikler camsı bir matristen ve kristal fazlardan oluşan çok fazlı malzemelerdir. Dental cam-seramik bünyelerinde hacimce %45'e kadar kristal faz bulunabilmektedir. Bu diş malzemeleri genel olarak mika, feldspatik ve lityum disilikat esaslı cam-seramikler olarak sınıflandırmak mümkündür. Son zamanlarda feldspatik esaslı cam-seramikler, en yaygın kullanılan işlenebilir diş seramiklerinden bir grubu oluşturmaktadır. Feldspatik esaslı cam-seramikleri,  $K_2O$  ve/veya  $Na_2O-SiO_2-Al_2O_3$  oksit sisteminden lösit, sanidin, nefelin gibi bir veya daha fazla kristal faz türünden oluşabilir. CAD/CAM freze sistemleri, son on yılda, tam seramik restorasyonların üretimi için giderek gelişmiş ve yaygınlaşmaya başlamıştır. Günümüzde, dental cam-seramikler (Şekil 1.1), CAD/CAM frezeleme ile diş formunda işlenebilmekte ve diş restorasyonları için yaygın olarak kullanılmaktadır [1].



**Şekil 1.1.** Dental cam-seramikler [2].

Miyazaki ve ark. [3] 20 yıllık deneyim ile güncel ve gelecek dental CAD/CAD gelişmelerini derlemiştir. Dental CAD/CAM sistemlerini kullanım yerlerine göre kron ve köprü yapımı olarak ikiye ayırmışlardır.

Ritzberger ve ark. [4] CAD/CAM teknolojileri ile işlenebilen dental seramik ve cam-seramikler üzerine yapmış oldukları çalışmada lösit esaslı ve lityum disilikat bazlı cam-seramikler ile yitria katkılı zirkonya seramiklerinin kullanım yerleri ve CAD/CAM ile işlenebilirliklerini incelemiştir.

Brenes ve ark. [5] ise 2016 yılında tam seramik CAD/CAM restorasyonunda kullanılan sistemler ve seramik malzemeler hakkında derleme yapmışlardır. CAD/CAM seramik malzemeleri; cam-seramikler, alümina esaslı seramikler, lityum disilikatlar ve zirkonya olarak sınıflandırmışlardır. CAD/CAM sistemleri olarak başta Sirona Dental olmak üzere 2015 yılı itibarıyla listelemişlerdir.

Ülkemizde dental cam-seramiklerin yerli firmalar tarafından üretimi de henüz mevcut değildir. Dolayısıyla yerli ve güncel dental ürünlerin üretilmesi için cam-seramikler hakkında bilgi ve tecrübenin gelişmesine katkıda bulunmak, böylelikle ülkemiz diş sektörünün bu ürünlerde dışa bağımlılığını azaltacak yönde bilimsel çalışmalar yapmak hedeflenmektedir.



## 2. GENEL BİLGİLER

Camlar, amorf katılar veya aşırı soğutulmuş sıvılar olarak tanımlanabilir. Camları diğer katılardan ayıran en önemli özellikleri amorf yapıda olmalarıdır. Camın kontrollü kristallendirilmesiyle amorf yapı içerisinde dağılmış ince kristaller meydana gelmektedir. Camların kontrollü kristalleşmesi ile üretilen cam-seramikler, kristalleşmeye uygun camların çekirdeklenme ve kristal büyütme aşamalarından oluşur [6]. Bu şekilde üretilen yeni kristaller doğrudan cam fazda büyür ve aynı zamanda kalan camın bileşimini yavaş yavaş değiştirir [7].

Adından da açıkça anlaşıldığı gibi, cam-seramikler inorganik camlar ile seramikler arasında sınıflandırılmıştır. Bir cam-seramik oldukça kristalleşmiş olabilir veya büyük oranda cam faz içerebilir. Bir veya daha fazla kristal fazdan oluşabilir [7].

Bununla birlikte, cam-seramik oluşumunun en önemli avantajı çok çeşitli özel mikro yapılarıdır. Cam-seramikte oluşturulan mikroyapı türlerinin çoğu, başka hiçbir malzemede üretilemez. Cam fazlar farklı yapılar gösterebilir. Üstelik, mikroyapıda farklı morfolojik yollarla düzenlenebilirler. Kristal fazlar çok daha çeşitli özelliklere sahiptir. Belli yapılarıyla ilgili özel morfolojileri ve büyüme tarzlarına bağlı olarak görünüşte belirgin farklılıklar gösterebilirler. Mikroyapılar oluşturmanın tüm yolları, kontrollü çekirdeklenme ve kristalleştirme ile birlikte ana cam bileşiminin seçilmesini içerir [7].

Hammadde, bileşim ve ısıl işlem koşullarının uygun olarak seçilmesi ile amorf olarak üretilen camın mikroyapısında ince taneli ve düzenli dağılmış kristaller içeren gözeneksiz malzemelerin üretimi mümkündür. İyapıları cam malzemedeki kristalleşme sonucu olduğundan cam-seramik olarak isimlendirilirler [8]. Ana cam içinde üretilen kristallerin boyutlarının küçük olması bu tür malzemelerin tokluk, darbe dayanımı, aşınma gibi mekanik özelliklerini iyileştiren en önemli etkidir [9].

### 2.1. Cam-Seramiklerin Avantajları

Cam-seramikler üstün termal, kimyasal, biyolojik ve dielektrik özelliklere sahiptir. Dahası, cam-seramikler camlar ve seramikler gibi inorganik malzemelere kıyasla önemli avantajlar sağlar. Kompozisyon çeşitliliği ve özel mikroyapı geliştirme imkânı öncelikli avantajlarıdır. Bu, cam-seramiklerin son ürünlerinin olumlu özelliklerini elde etmekte kolaylık sağlamaktadır [7].



Özellikle elverişli özellikler sergileyen cam-seramikler kimyasal bileşimin ve mikroyapının değişimine dayanarak geliştirilir. Bu özellikler Tablol 2.1 ve 2.2'de listelenmiştir.

**Tablo 2.1.** Cam-seramiklerin özellikleri [7].

İşleme Özellikleri

- Haddelene, döküm, presleme gibi metodlar mümkündür,
- Sınırlı ve kontrol edilebilir büzülme oranına sahiptir,
- Monolitik cam-seramiklerde gözeneklilik yok.

Termal Özellikleri

- Genleşme, sıcaklığa bağlı olarak istenildiği gibi kontrol edilebilir, sıfır veya hatta negatif genleşmeye sahiptir,
- Yüksek sıcaklıklarda kararlıdır.

Optik Özellikleri

- Saydamlık veya opaklık,
- Photoindüksiyon mümkündür,
- Pigmentasyon,
- Opalesans, floresan.

Kimyasal Özellikleri

- Absorbe edilebilir ve kimyasal kararlılığı yüksektir.

Biyolojik Özellikleri

- Biouyumlu ve biyoaktif malzemelerdir.

Mekanik Özellikleri

- İşlenebilir,
- Yüksek dayanım ve kırılma tokluğuna sahiptir.

### Elektriksel ve Manyetik Özellikleri

- İzolasyon kabiliyeti (düşük dielektrik sabit ve kayıp yüksek rezistivite ve arıza gerilimi)
- İyon iletkenliği ve süper iletkenlik
- Ferromanyetizma

**Tablo 2.2.** Cam-seramiklerin özellikle tercih edilen kombinasyonları [7].

- Mekanik özellik (işlenebilirlik) + termal özellikler (sıcaklık dayanımı)
- Termal özellik (sıfır genleşme + sıcaklık direnci) + kimyasal dayanıklılık
- Mekanik özellik (mukavemet) + optik özellik (saydamlık) + elverişli işleme özellikleri
- Mukavemet + translusens + biyolojik özellikler + elverişli işleme özellikleri

### İşleme Özellikleri

Camın birincil şekillendirilmesinde kullanılan teknoloji, cam-seramiğe de uygulanabilir. Dolayısıyla, dökme camlar, haddeleme, presleme veya kalıba üfleme veya eriyikten bir cam çubuk veya halka çekilerek üretilir. İnce tabaka yöntemi, örneğin ince cam levhaları üretmek için de kullanılır. Buna ek olarak, cam tozu veya taneler cam-seramiklere dönüştürülür.

### Termal Özellikleri

Cam-seramik üretiminde belirli bir avantaj, hemen hemen sıfır büzülme ile ürünlerin üretilebilmesidir. Bu spesifik malzemeler endüstriyel, teknolojik ve evsel uygulamalar (örn. mutfak gereçleri) için büyük ölçekli spesifik malzemelerin üretimlerinde kullanılır.

### Optik Özellikleri

Cam-seramik gözeneksizdir ve genellikle bir cam faz içeriğinden dolayı, yüksek düzeyde saydamdır ve bazı durumlarda transparanlığı da yüksektir. Ayrıca, kristalin türüne ve malzemenin mikroyapısına bağlı olarak çok opak cam-seramikleri üretmek de mümkündür. Cam-seramikler hemen hemen her renkte üretilebilir.

Hem görülebilir hem de kızılötesi floresanstır ve cam seramiklerindeki opaklık da önemli optik özelliklerdendir.

#### Kimyasal Özellikleri

Tekrar absorbe edilebilirlik kimyasal dayanıklılığa kadar değişen kimyasal özellikler, kristalin, cam fazın veya kristal ile cam faz arasındaki arayüzün niteliğine göre kontrol edilebilir. Sonuç olarak emilebilir veya kimyasal dayanıklı cam-seramikler üretilebilir. Özellikle mikroyapı, bir fazın emilebilirliği ve diğer fazın kimyasal dayanıklılığı kombinasyonuna izin verir.

#### Biyolojik Özellikleri

Dental uygulamalar başta olmak üzere ve insan sağlığı için biyouyumlu ve dayanıklı cam-seramikler geliştirilmiştir. Ayrıca implantolojide biyoaktif maddeler kullanılmaktadır.

#### Mekanik Özellikleri

Metal alaşımları için ölçülen en yüksek gerilme mukavemet değerleri henüz cam-seramiklerinde elde edilememiş olsa da, 100-500 MPa kadar eğme mukavemetleri elde etmek mümkün olmuştur.

Cam-seramiklerin tokluğu da yıllar içinde önemli ölçüde artmıştır. Sonuç olarak, 0.5'in üzerindeki  $K_{IC}$  değerlerine ulaşılmıştır. Monolitik cam-seramiklerinde olduğu gibi, bu özellikleri yarı saydamlıkla birlikte başka hiçbir malzeme göstermez. Cam seramiklerin işlenebilir malzemeler olarak üretebilmeleri ek bir avantaj oluşturmaktadır.

#### Elektriksel ve Manyetik Özellikleri

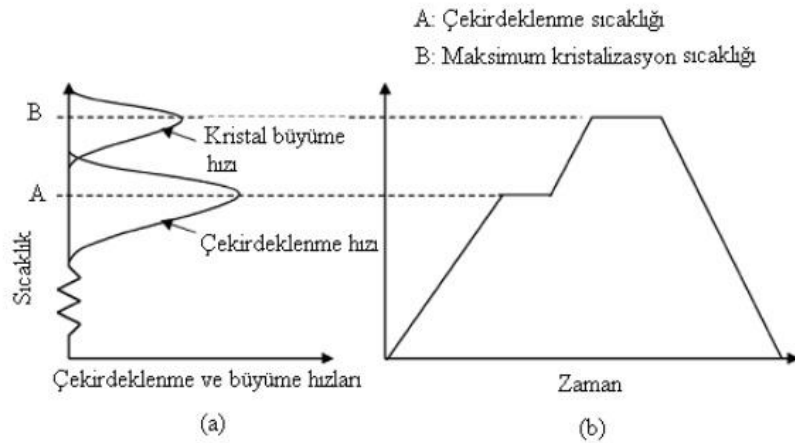
Özel elektriksel veya manyetik özelliklere sahip cam-seramikler üretilebilmektedir. Malzeme izolatörler için elektronik veya mikro-elektronik endüstrilerinde kullanılıyorsa, elektriksel özellikler özellikle önemlidir. Kullanılabilecek kompozitlerin, cam-seramiklerin, örneğin metal gibi diğer malzemelerle birleştirilerek oluşturulabileceği de belirtilmelidir. Buna ek olarak, yüksek iyon iletkenliği ve hatta süperiletkenlik gösteren cam-seramikler geliştirilebilir.

Ayrıca cam-seramikte manyetik özellikler sinterlenmiş seramiklerde olduğu gibi üretilmektedir. Bu malzemeler, temel camların birincil şekillendirilmesini ve ardından kristalizasyon için ısıl işleme içeren yöntemler kullanılarak meydana getirilir [7].

## 2.2. Cam-Seramiklerin Oluşumu

Camların kontrollü kristallenmesi, cam-seramiklerinde önemli bir ön şarttır. Kontrollü kristalizasyon olmadan, çok özel özelliklere sahip cam-seramikler üretilemez. Çekirdeklenme (nükleasyon), kontrollü kristalleştirme için belirleyici bir faktördür, çünkü cam yapısındaki kristallerin oluşumu ve büyümesi genel olarak iki aşamada gerçekleşir. Mikro çekirdeklerin oluşması (çekirdeklenme) ve bunların makroskopik kristaller haline gelmesi (kristal büyümesi). Bu iki aşamaya çekirdeklenme ve kristal büyümesi denir [10].

Cam-seramik kristalizasyonu Şekil 2.1'de gösterilmiştir. Kontrollü kristalizasyonun ilk aşaması camın çekirdeklenme sıcaklığına kadar ısıtılmasıdır (A sıcaklığı). Normal olarak 2-10 °C/dak.'lık ısıtma hızları kullanılır.



**Şekil 2.1.** Cam-seramik kristalizasyonu. (a) Çekirdeklenme ve kristal büyüme hızının sıcaklıkla değişimi, (b) İki kademeli ısıl işlem [11].

İnce cam parçalar için 10 °C/dak.'lık ısıtma hızı, çatlama ve distorsiyonlar oluşturmadan emniyetle uygulanabilmektedir. Yaklaşık olarak camsı geçiş sıcaklığının ( $T_g$ ) 50 °C üstündeki sıcaklıklar çekirdeklenme için uygundur [10].

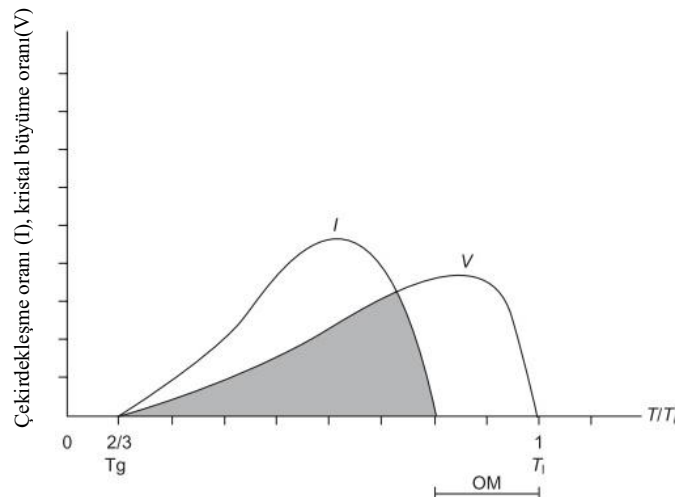
### 2.2.1. Çekirdeklenme

Çoğu durumda, kontrollü kristalizasyon, bir fazdan çok çeşitli kristaller fazlar üretir ve böylece cam-seramiğe özel özellikler kazandırır. Kristaller, aynı zamanda, cam matrisin mikro yapısında bir spesifikasyon düzenlemesi göstermelidir. Ayrıca, bazı cam-seramikler çeşitli kristal fazlara ek olarak cam fazlar içerirler. Dolayısıyla bu işlemler oldukça karmaşık gerçekleşir. Tüm farklı süreçleri tanımlayan kapsamlı bir matematik teorisi henüz mevcut değildir. Sonuç olarak, cam seramiğinin gelişimi ile ilgili bugünkü bilgi standardı ile çekirdeklenmenin iki genel faktörden etkilendiği varsayılmaktadır:

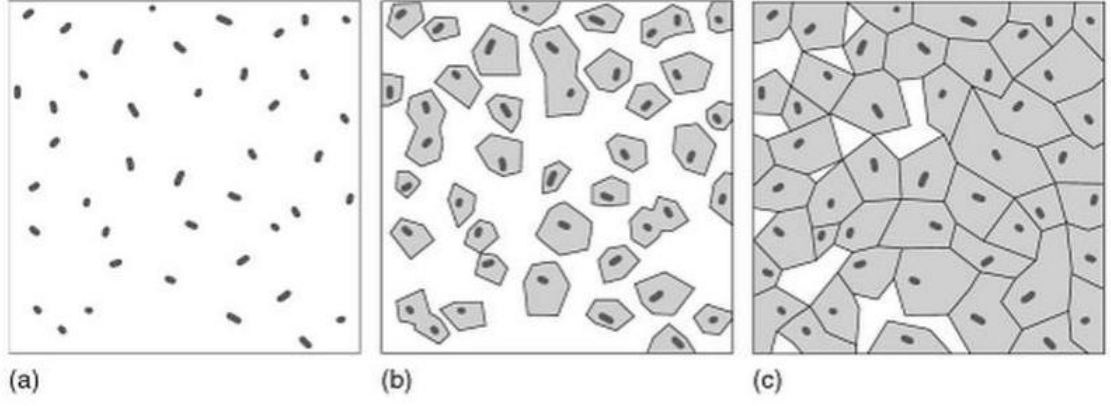
1. Taban camının kimyasal bileşimi ile uygun bir çekirdekleştirici seçilmesi.
2. Süreç değişkenleri olarak zaman ve sıcaklık ile camın kontrollü ısıl işlemi [12].

Stookey (1959) cam-seramiklerde çekirdeklenme ve kristal büyüme teorisini genişletmiştir. İndirgenmiş sıcaklığın ( $T / T_1$ ) fonksiyonları olarak çekirdeklenme oranı (I) ve kristal büyüme oranı (V) Şekil 2.2'de gösterilmektedir. Burada ( $T_1$ ), sıvı sıcaklık derecesini temsil eder. OM Ostwald - Miers aralıklı aşırı süper soğutma aralığıdır.

Kontrollü kristalizasyonun temeli, mikro çatlakların ve boşlukların olmadığı ince ve rastgele dağılmış tanelerin gelişmesine olanak sağlayan etkili çekirdeklenmedir. Cam-seramik oluşum süreci bu yüzden temelde Şekil 2.3'te basit olarak gösterildiği gibidir [7].

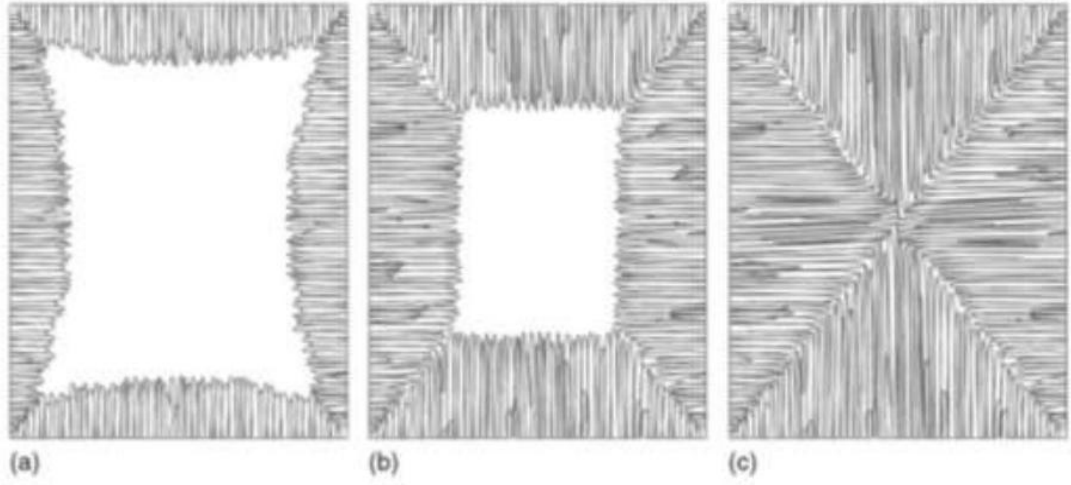


Şekil 2.2. Çekirdeklenme Sıcaklık  $T/T_1$  büyümesi arasındaki ilişki [7].



**Şekil 2.3.** Camdan yapıdan cam-seramik yapıya geçiş a) Çekirdeklenme b) Çekirdeklerden kristal büyümesi c) Cam-seramik mikro yapısı [12].

Çekirdeklendiriciler içermeyen bir cam harmanının kristallenme eğilimi yüzeyden içe doğru gerçekleşir veya çekirdek oluşum sıcaklığı çok hızlı geçildiğinde de aynı yapı ile karşılaşmaktadır. Bu tarz kristalleşme davranışı Şekil 2.4'te görülmektedir.



**Şekil 2.4.** İç çekirdeklerin oluşmadığı bir cam yapısında kristallenme davranışı [12].

Cam oluşturan sıvılarla yapılan çalışmalar, kristal çekirdeklenmesinin değişmez bir şekilde dış yüzeylerde ve bazen de kabarcığın iç yüzeyinde gerçekleştiğini belirtmiştir. Çekirdeklendiricinin eklenmediği oksit camlarında iç çekirdeklenme nadiren görülür ve bu tip kristalleşmeler genelde gül şeklindedir ve eriyik benzer olmayan konsantrasyonlardaki safsızlıklar ile ilgilidir [12].

Homojen çekirdeklenme sürecinde, yoğunluk ve kinetik enerjinin yerel dalgalanmalarına bağlı olarak herhangi bir yabancı sınır olmadığında yeni bir faz gelişir. Heterojen çekirdeklenmede, substratlar ve tane sınırları gibi yabancı sınırlar

söz konusudur. Buna katalize çekirdekleşme denir. Heterojen çekirdeklenme, cam seramiklerin geliştirilmesinde kullanılan tipik mekanizmadır, çünkü sınırlar dışlanamaz ve çoğu cam seramiğinin gelişiminde genellikle etkili olurlar [12].

### 2.2.2. Kristal Büyümesi

Çekirdek kritik büyüklüğe ulaştığında kristal büyümesi başlayabilir. Şekil 2.2'de gösterildiği gibi I (çekirdeklenme hızı) eğrileri ve V (kristal büyüme oranı) eğrileri çakışır, böylece kristaller büyür. Ancak, metastabil aşırı süper soğutma (Ostwald-Miers serisi) aralığında, çekirdeklenme mevcut değildir. Sonuç olarak, düşük sıcaklıklarda oluşan çekirdekler büyüme davranışı göstermektedir. Bununla birlikte, bir cam, örneğin  $T_1$ 'nin yüksek bir sıcaklığından soğutulur ve Ostwald - Miers aralığında ısıtılırsa, tamamen farklı bir durum oluşur. Kristal büyüme hızı halen yüksek olmakla birlikte, çekirdekler ve dolayısıyla kristaller gelişemez. Böylece, çekirdekleşme ve kristalleşme arasındaki doğrudan ilişki tekrar vurgulanmaktadır.

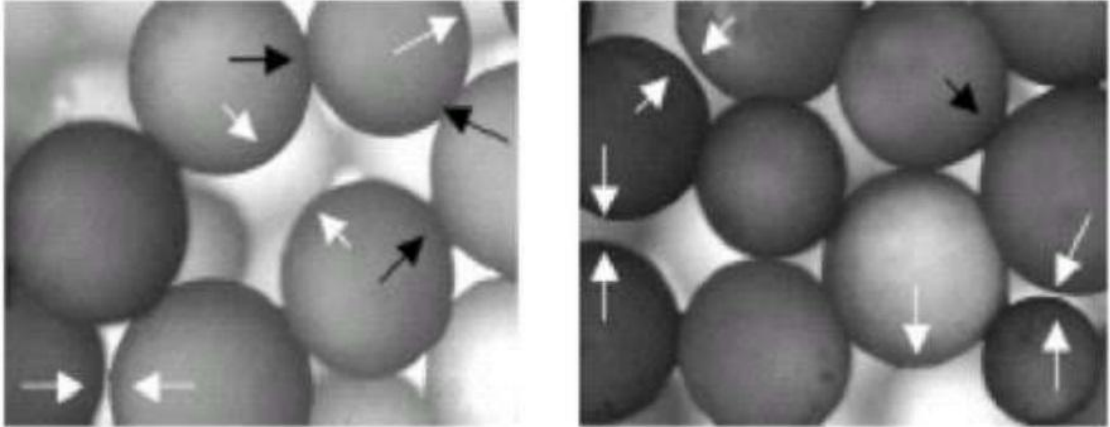
Camın sinterlenmesinde yoğunlaşma, cam geçiş sıcaklığının ( $T_g$ ) hemen üzerindeki sıcaklıklarda meydana gelir ve bu esnada cam tozu üzerine yük uygulanması ısıtma boyunca daha yüksek bir yoğunlaşma sağlar. Sinterlenmiş cam ve cam-seramik sistemlerinde; eğer cam ince öğütülmüş ve sinterlenmiş ise son ürün gözeneksiz olacaktır. Sinterlenmiş malzemelerde kristallenmeye ve sinterlemeye bağlı olarak %1-5 gözeneklilik görülebilir. Bu nedenle sinterlenmenin kontrol edilmesi, kristalleşmenin takip edilmesi gözeneksiz bir mikroyapı için önemlidir [13]. Cam taneciklerin sinterlenmesi viskoz akış mekanizmasına dayanır. Sinterlemenin kademeleri cam taneciklerinin içteki ve yüzeydeki fiziksel hareketini içerir. Bu kademeler;

1. Boyun oluşumu,
2. Gözenekleri birleştiren kanalların kapanması,
3. Yoğunlaşma'dır.

Bu nedenle camın yoğunlaşma hızındaki en önemli parametreler yüzey gerilimi ( $\gamma$ ), viskozite ( $\eta$ ), tanecik çapı ( $r$ ), paketlenme yapısı, tanelerin şekli ve yaş yoğunluktur. Yüksek sıcaklıkta, camın viskozitesi gözeneksiz ve iyi sinterlenmiş bir yapı sağlamak için yeterince düşük olmalıdır. Viskozite ısıtma hızı ile azalan,

kristallenme ile artan bir parametredir. Cam-seramik malzemeler, yüksek spesifik yüzey alana sahip cam tozlarının (frit) tek bir ısıl işlemle sinterlenmesi sonucu üretilebilmektedirler. Sinterleme şu şekilde gerçekleşmektedir; ilk olarak cam geçiş sıcaklığının biraz üzerinde viskoz akış sayesinde yoğunlaşma gerçekleşir. Cam tozları ısıtılmaya devam ettirildiğinde, viskozite düşer ve bütün tozlar küresel şekil alır. Bu sırada tanecikler arasındaki sıvı faz taneleri ıslatır ve sıcaklığın belirli bir viskozite değerine kadar yükselmesi ile taneler boyun oluşturmaya başlayarak sinterlenir. Şekil 2.5'te cam kürelerinin oluşturduğu boyunlar gösterilmektedir. Beyaz oklar boyun oluşturamamış tanecikleri, siyahlar ise boyun oluşturmuş olanları göstermektedir. Bazı boyunların oluşmaması şu sebeplerden kaynaklanır:

1. İki komşu tanecik arasında boşluk vardır,
2. Paketlenme yapısında boşluk vardır yani komşusu eksiktir.



**Şekil 2.5.** Sıralanmış cam kürelerinin boyun oluşturma için kısa bir süre sinterlenmesi ile elde edilen mikroyapı [12].

Her iki tip boşluk da yoğunlaşmayı engeller. İki küresel başlangıç taneciğinin sinterlenmesindeki ilk kademe taneciklerin temas noktaları tarafından birbirine bağlandığı bir morfolojidir. Son kademedeki morfoloji ise yalıtılmış gözeneklerden oluşur [12].

Cam tozlarının sinterlenmesinde istenen, yoğunlaşmanın kristalizasyondan önce tamamlanmasıdır. Bu şekilde sinterlenen tozlar ile düşük gözenekli, yoğunluğu yüksek cam-seramikler üretilebilmektedir. Ancak tersi durumda, başka bir deyişle kristalleşmenin yoğunlaşmadan önce gerçekleştiği koşullarda elde edilen ürünler gözenekli ve heterojen yapıda olmaktadır [12].



Cam seramiklerin başarılı bir şekilde gelişimi, son derece kontrollü sentez prosedürlerine ve yüksek çözünürlüklü analitik yöntemlerle (örneğin, elektron mikroskobu, x-ışını kırınımı ile termal ve kimyasal yöntemler) faz geliştirme süreçlerinin kapsamlı analizine bağlıdır [14].

### 2.3. Cam-Seramiklerin Uygulamaları

Cam-seramiklerin mühendislik seramikleri olarak ifade edilen genel malzemeler sınıfı içerisinde yer aldığı kabul edilir. Mühendislik bakımından seramiklerin yük altında, özellikle çekme gerilmesi altında kırılma eğilimi sürekli olarak üzerinde durulan bir konudur. Bu nedenle, seramik bir malzemeyi kullanma ihtiyacı ortaya çıktığı zaman tasarımında oldukça dikkatli davranılmaktadır. Cam-seramikleri de içerisine alan seramik malzemeler grubu, genellikle mühendislik uygulamalarında kullanılan malzemelerdir. Diğer herhangi bir malzeme grubununkinden benzemeyen ve bu malzemelerin karşılayamayacağı sertlik, aşınma direnci, oksidasyona, korozyona ve yüksek sıcaklıklara dayanım, boyutsal kararlılık, optik ve diğer geçirgenlik özelliklerinin yanı sıra elektriksel özelliklerinden dolayı özel birtakım uygulamalarda kullanılırlar. Cam-seramiklerin tümü bu özellikleri taşıyor olsa da her malzeme, her özel ürün, mühendislik performansları yönünden çeşitli avantaj ve dezavantajlara sahiptir. Özel uygulamaların gerekliliği doğrultusunda malzeme ve bileşenlerin geliştirilmesi, tasarım mühendisleri ve cam-seramik uzmanlarının ortak çalışmaları ile gerçekleştirilmektedir [15].

Günümüzde cam-seramikler; metallere nazaran üstün aşınma ve korozyon dayanımı, camlara göre üstün tokluk ve darbe direnci özelliklerinden dolayı mutfak malzemesinden yer döşemesine kadar günlük kullanım alanlarının yanı sıra, füze başlığından teleskop aynasına, vakum tüpü kılıfından mikroelektronik altlıklara, koruyucu seramik kaplamalardan uzay araçlarının radar cihazlarındaki kubbeler ve vücut protezlerine kadar sayısız ileri teknoloji alanlarında uygulamaya sahip malzemelerdir [11].

Bu anlamda cam seramiklerin faydalandığı bazı kullanım alanları aşağıda liste olarak verilmiştir;

- Motor, valf, pompa ve boru uygulamaları,
- İşlenebilir cam-seramikler,
- Refrakter cam-seramikler,

- Yüksek dielektrik sabitine sahip malzemeler,
- Elektronikte altlık uygulamaları,
- Radyoaktif atık depoları,
- Düşük ve sıfır genleşmeli malzemeler,
- Malzeme bağlantıları,
- Süper iletken malzemeler,
- Medikal ve dental uygulamalar [11].



### 3. DENTAL CAM-SERAMİKLER

Diş hekimliğinde dişleri geri kazanmak için kullanılan cam-seramik biyomalzemeler insan dişlerinin tüm işlevlerini yerine getirebilmelidir. Dahası, bu restoratif biyomalzemelerin özelliklerinden bazıları doğal dişlerin özelliklerini bile geçmek zorundadır.

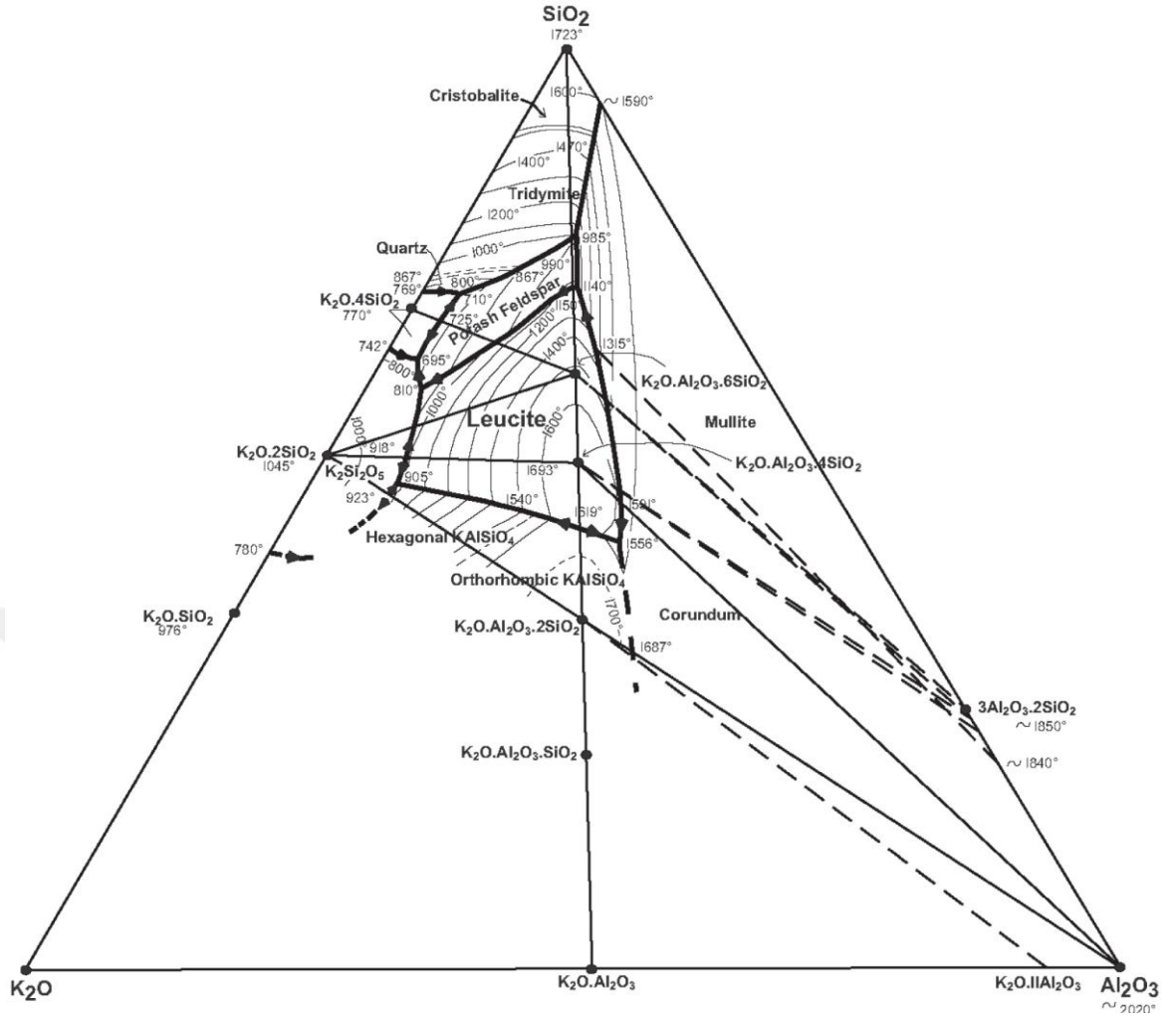
Günümüzde dental uygulamalarında kullanılan seramik sistemler yoğun olarak zirkonya, lityum disilikat, mika veya feldspatik esaslı porselen cam seramik gruplarından oluşmaktadır. Bu malzemeler tam kristal, yarı kristal ve amorf fazlardan oluşmaktadır. Bu alanda estetik amaçla kullanılan malzemelerden, doğal dişle renk uyumunun en iyi sağlandığı malzeme cam-seramiklerdir. Su emmeyişi ve ağız dokuları ile çok iyi biyouyumluluğu cam-seramiklerin önemli özelliklerindedir [16]. Pek çok geleneksel seramik üründe kullanılan frit hammaddesi dental uygulamalarda kullanılan cam-seramiklerin de ana hammaddelerden biri olarak kullanılmaktadır.

Frit üretimi genel olarak, belirli bir reçeteye göre belirlenen seramik hammaddeleri (feldspatlar) öğütülüp toz haline getirilerek karıştırılır ve ergitilir. Eriyik hızlı bir şekilde soğutulur ve termodinamik açıdan kararsız camsı frit malzeme elde edilir. Dental alanda frit hammaddesi metal-seramik sistemlerinde seramik tabakaları oluşturan opak, dentin ve insizal kısımların içeriklerinde ve bazı tam seramik sistemlerde (lityumdisilikat, mika veya feldspatik esaslı) ana bileşen olarak kullanılır [17].

Tam seramik sistem olan dental cam-seramiklerin rengi, ışık geçirgenliği (transparanlığı) ve estetik görüntüsü nedeni ile dental uygulamalarda özel bir yer tutmaktadır ve son yıllarda bu alanda kullanım alanları genişlemiştir [18]. Dental cam-seramiklerin dezavantajları, kırılma oluşu ve karşılıklı dişlerin aşınma potansiyelinin yüksek olmasıdır. Bu malzemelerin içeriğinde bulunan lösit ve sanidin gibi kristaller, cam-seramiklerin termal ve mekanik özelliklerini geliştirerek işlenebilir cam-seramik haline gelmesini sağlar [7].

#### 3.1. Lösit Esaslı Cam-Seramikler

Lösit, cam-seramik malzemelerin içeriğindeki çok önemli bir kristal fazdır ve yüksek genleşme katsayısına ( $18 \times 10^{-6} \text{ } 1/^{\circ}\text{C}$ ) sahiptir. Lösit, bir potasyum-alüminyum-silikat fazıdır ve kimyasal bileşimi  $\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$  veya  $\text{KAlSi}_2\text{O}_6$ 'dir [9]. Şekil 3.1'de lösit fazını içeren faz diyagramı gösterilmiştir.

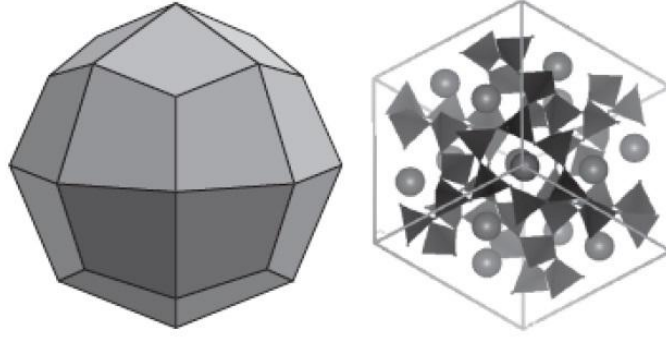


Şekil 3.1. SiO<sub>2</sub>-K<sub>2</sub>O-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> üçlü faz diyagramı [9].

Feldspat ajanı olan lösiti bu kadar önemli kılan, doğal bir transparanlığa sahip olması ve mükemmel biyouyumluluğudur. Bunlara ek olarak yüksek ergime sıcaklığı (1693°C), lösitin uygulamalarda kullanımını arttırmaktadır [19].

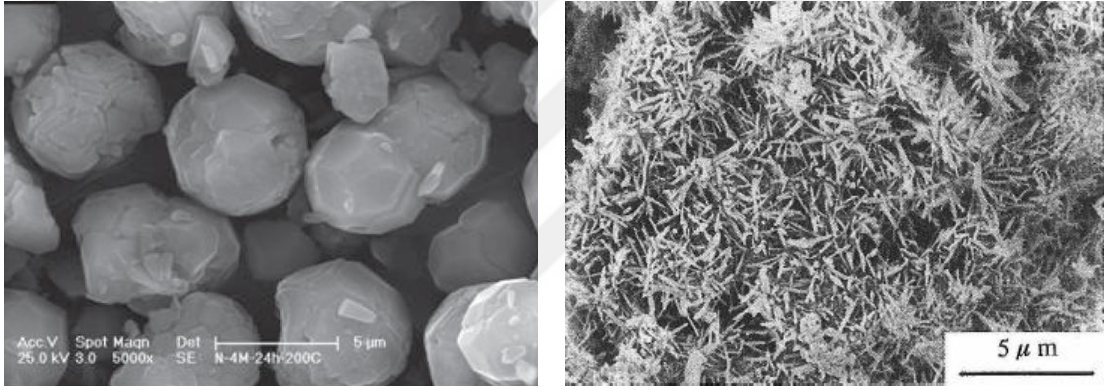
### 3.2.1. Lösit Kristal Fazı

Lösit (KAlSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>) kristal fazı, (Si,Al)O<sub>4</sub> tetrahedrası ile oluşan bir potasyum alüminyum silikat mineralidir. (Si,Al)O<sub>4</sub> tetrahedrasının herbiri, Şekil 3.2’de gösterildiği gibi tüm oksijenlerini komşu atomlarıyla paylaşır. Şekil 3.2’de tetrahedra [SiO<sub>4</sub>]<sup>4-</sup>, [AlO<sub>4</sub>]<sup>5-</sup> iken, K<sup>+</sup> iyonları küreseldir. Lösit iki polimorfa sahiptir. Yüksek sıcaklıkta kübik lösitin kararlı formudur ve soğutulurken 500-600°C’de kübik yapıdan tetragonal yapıya bir faz dönüşümü gerçekleşir. Bu dönüşüm hızlı olup tersinir ve süreklidir.



**Şekil 3.2.** Lösit tek kristali ve tetragonal lösit kristal yapısı [9].

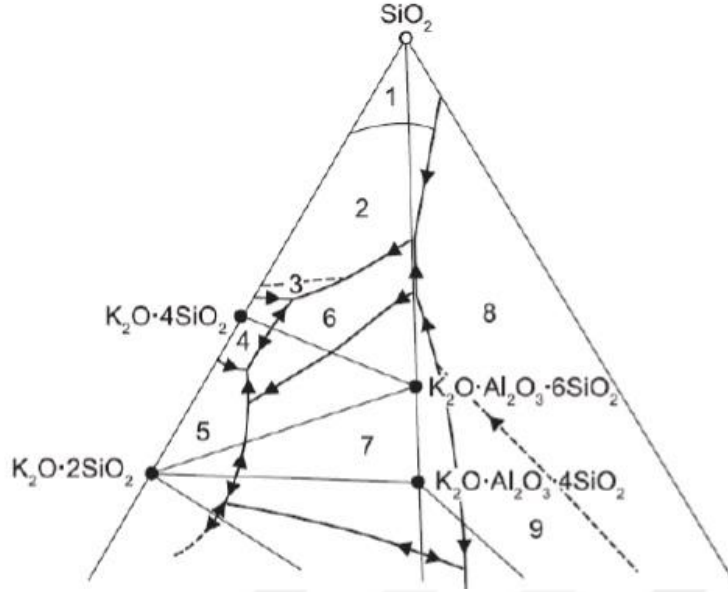
Lösit kristali, alümina, silika potasyum oksit ve diğer alkali ergitici ve çekirdeklendirici ajanları içeren bileşenlerin uyumsuz şekilde kristallenmesiyle oluşur. Şekil 3.3’de lösit kristalleri gösterilmiştir [9].



**Şekil 3.3.** Farklı yöntemlerle sinterlenmiş lösit kristallerinin SEM görüntüleri [9].

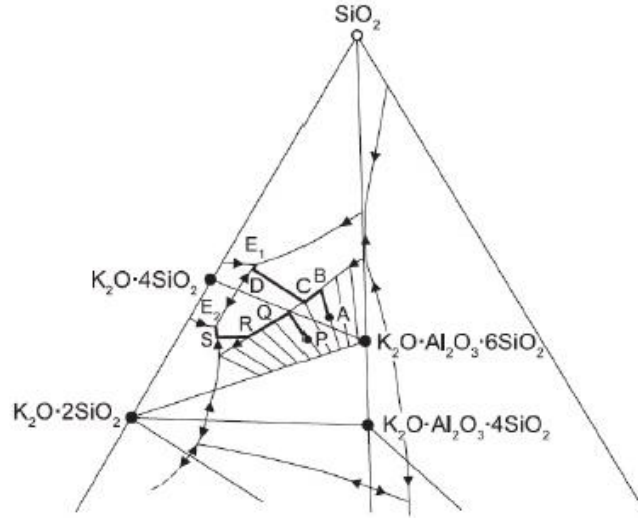
Lösitin kristalizasyonunun gerçekleşmesi için, ağırlıkça en az %12 potasyum içeriğine ihtiyaç duyulur. Ayrıca, lösitin kristalizasyonunu başlatmak veya çekirdeklenme sıcaklığını düşürmek için sisteme MgO, CaO, ZrO<sub>2</sub>, ZnO, TiO<sub>2</sub> gibi çekirdeklendirici oksitler ilave edilebilir [9].

K<sub>2</sub>O–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–SiO<sub>2</sub> üçlü faz diyagramı Şekil 3.1’de gösterilmektedir. Şekil 3.4’te gösterildiği gibi, bu sistemde kristobalit (1), tridimit (2), kuvars (3), potasyum tetrasilikat (4), potasyum disilikat (5), potasyum feldspat (6), lösit (7), mullit (8) ve korundum (9) gibi ana faz alanları bulunmaktadır. Bu fazlar ok işaretli azalan sıcaklık yönünü gösteren kalın çizgilerle birbirinden ayrılırlar. Lösitin uyumlu ergime noktasını gösteren en düşük sıcaklığı 810°C’dir ve 1686°C’ye kadar artar.



**Şekil 3.4.**  $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$  üçlü faz sisteminde birincil kristalin faz alanları [9].

Şekil 3.5'te gösterildiği gibi,  $SiO_2-K_2O \cdot 4SiO_2-K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$  bölgesinde yapı,  $710^\circ C$ 'de potasyum tetrasilikat, kuvars ve potasyum feldspat kristallerinden oluşan tamamen kristal bir yapı oluşur (üçlü ötektik,  $E_1$ ).  $K_2O \cdot 4SiO_2-K_2O \cdot 2SiO_2-K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$  bölgesinde ise  $695^\circ C$ 'de potasyum tetrasilikat, potasyum feldspat ve potasyum disilikat kristallerinden kristal yapı (üçlü ötektik,  $E_2$ ) oluşur ve Şekil 2.10'da bu kompozisyonların soğuma sırasındaki kristalizasyon yolları gösterilmektedir.  $SiO_2-K_2O \cdot 4SiO_2-K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$  bölgesinde lösit kristalleri  $1300^\circ C$ 'de soğuma sırasında oluşur. AB çizgisiyle devam eden kristalizasyon yolu B noktasına ulaştığında potasyum feldspat katı fazı oluşur. BC sınır çizgisi boyunca ise sıvı fazın kompozisyonu devam eder. Lösit kristalizasyon yolu C noktasında sınır çizgisinden ayrılarak potasyum feldspat alanına geçer ve D noktasında potasyum tetrasilikat ikinci katı faz olarak görülür.  $E_1$  noktasına kadar kristalizasyon yolu devam eder. Bu noktada potasyum tetrasilikat, feldpat ve kuvars dengededir. Bu sistemde, sıvının yüksek viskozitesinden dolayı dengeyi sağlamak çok zordur. Lösit fazı ergiyiğin yapının hızlı soğutulmasıyla sağlanabilir. Lityum, rubidyum ve sezyum gibi sisteme ilave edilen bileşenler lösit kristalleşmesine yardımcı olur [17].



**Şekil 3.5.**  $K_2O-Al_2O_3-SiO_2$  faz sisteminde bulunan  $SiO_2-K_2O \cdot 4SiO_2-K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$  üçgenindeki ve  $K_2O \cdot 4SiO_2-K_2O \cdot 2SiO_2-K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$  üçgenindeki kristalizasyon yolları [9].

Cattell ve arkadaşları [15] yaptığı çalışmada farklı tane boyutlu camsı (amorf) frit üreterek tane boyut analizi, diferansiyel termal analizi (DTA) yapmıştır. Presledikleri numuneleri vakumsuz kutu fırın içerisinde farklı ısıl işlemler uygulayarak kristallenmelerini incelemişler ve kristal fazları hakkında bilgi edinmek için XRD analizi yapmışlardır. Tüm bu analiz sonuçlarına bakarak dakikadaki ısıtma hızını arttırdıklarında, lösit kristali piklerinin şiddetinin arttığı görülmüştür. Ayrıca tane boyutu incelendiğinde yine lösit piklerinin şiddetinin arttığı gözlemlenmiştir.

Chen ve arkadaşlarının [20] yaptığı çalışmada ise eğilme mukavemetini arttırmak amacıyla ince taneli lösit cam seramiğinin mikro yapısı optimize edilmiştir. Optimize edilmiş kristalizasyon sonrası, mikro kırılma belirtisi olmaksızın cam matriste eşit dağılımlı ince ( $0,15 \mu m^2$ ) lösit kristalleri oluşturulmuştur. Bunun sonucunda da üretilen cam seramiğin eğilme mukavemeti 219-253 MPa olarak belirlenmiştir. Ayrıca lösitin cam-seramiklerde  $4\mu m$ 'den daha büyük kristal boyutunun cam matriste mikro çatlaklara sebep olduğu bunun sonucunda da mukavemette azalma yaşandığı ileri sürülmektedir.

Brodkin ve arkadaşlarının [21] yaptığı çalışma ise lösit fazı içeren 4 farklı cam-seramik porselen blok kompozisyonlarının üretilmesini kapsamaktadır. Burada amaç ince taneli tetragonal veya stabilize edilmiş kübik lösit fazlarını camsı faz içinde oluşturmak ve homojen dağıtmaktır. Lösitin yüksek sıcaklıklarda eldesi kaba taneli olmasına neden olduğundan porselenin işlenebilirliğini zorlaştırmakta olduğu belirtilmektedir.

Estetik gereksinimlerin yüksek, mekaniksel gereksinimlerin ise nispeten daha düşük olduğu üst çene, ön bölge, tek dişler için tam seramik restorasyonlar, restoratif diş hekimliğindeki değişikliklerin başlangıcı olarak kabul edilebilir. Tam seramik malzemelerdeki hızlı gelişmeler, uzun dönem başarılı klinik sonuçlarıyla, tek diş restorasyonlarında cam seramiklerin öncelikli olarak tercih edilmesine sebep olmuştur [19].

### **3.2. CAD/CAM Uygulamaları**

Tüm bu teknik özelliklerin dışında hızla hastaya uygulamak da gelişen teknoloji ile önem taşımaya başlamıştır. Geleneksel yöntemler kullanılarak elde edilen tam seramik kronların uygulama süresi hastalar için vakit kaybı olmaya başladığından bu yana farklı yöntemler geliştirilmiştir [22].

Endüstrilerde ve kliniklerde dental malzemelerin işlenmesi için CAD/CAM sistemleri geliştirilmiştir. Bilgisayar destekli tasarım ve bilgisayar destekli üretim yani CAD/CAM (computer aided design-computer aided manufacturing), teknolojinin birçok alanında daha önceleri sıklıkla kullanılan bir üretim şeklidir. Şekil 3.6'da dişçilikte kullanılan CAD/CAM sistemleriyle işlenebilir ticari cam-seramik blok örnekleri yer almaktadır [4].

Sistemin temeli; çok hassas bir freze makinesinin, bilgisayar yazılımı ile çalıştırılarak seramik, kompozit veya metal bloklardan kuronlar, köprüler ve sabit protez alt yapıları üretmesi esasına dayanır. 1984'ten günümüze Cerec, Duret, Celay, Procera, Cercon, Cicero ve Lava sistemler gibi birçok CAD/CAM sistemi geliştirilmiş ve dental CAD/CAM sistemlerin son 20 yılda kullanımları gittikçe artmıştır. Günümüzde CAD/CAM sistemleri oldukça popüler hale gelmiş, bu sistemlerle birlikte alümina ve zirkonyum polikristallerinin kullanımına başlanmıştır. Bilgisayar teknolojisi, seramik alt yapıların hazırlanmasında diş hekimliğine önemli bir zenginlik katmıştır [4].

CAD/CAM uygulamaları, geleneksel ölçü alma yöntemlerini ortadan kaldırılması ve bekleme süresini kısılması, daha iyi restoratif materyallerin daha kısa süre içinde elde edilmesi gibi birçok avantajı da beraberinde getirmiştir (Karaalioğlu, 2008). Ayrıca dental laboratuvarlarda da kullanımına yönelik çalışmalar başlamıştır. Özellikle arka dişler için sabit bölümlü protez yapımında ve dental implant dayanağı olarak kullanılabilen yeterli mekaniksel özelliklere sahip yapısal seramiklerin geliştirilmesinde kullanımına başlanması CAD/CAM teknolojisinin dental

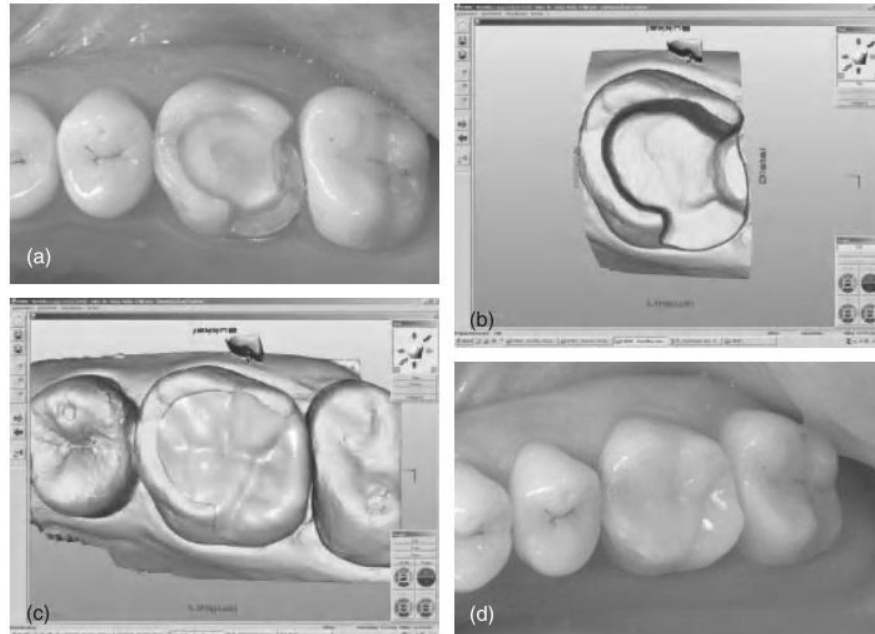


laboratuvarlarda kullanılabilirliğini büyük bir hızla artırdığı görülmüştür. Böylelikle mühendislik alanında sıklıkla kullanılan CAD/CAM teknolojisinin uygun materyallerle birlikte diş hekimliğine aktarılması, restoratif diş hekimliğinde geleneksel yöntemlerin hızla değişmesiyle sonuçlanmıştır [19].



Şekil 3.6. Ticari dental cam-seramik bloklar.

CAD/CAM sistemlerinde kazıma işlemi için diş hekimi dişi hazırlar ve daha sonra klinik durumu tarar. İntraoral kamera ile toplanan veriler, restorasyonun işlendiği sisteme aktarılır. Bu, ya diş laboratuvarında ya da diş hekimliğinde gerçekleştirilir. Ardından restorasyon denenir ve gerekirse ayarlanır. Daha sonra restorasyon doğal dişe yönlendirilir. Bu prosedür bir randevuda gerçekleştirilebilir. Şekil 3.7, diş hazırlamanın bireysel basamaklarını göstermektedir, ayarlamalar yapıldıktan sonra deneyin ve restorasyonun doğal diş üzerine yerleştirilmesini sağlar. Prosedürü göstermek için IPS Empress CAD kullanılmıştır. Bu materyali içeren klinik çalışmalar % 89 gibi yüksek bir başarı oranını göstermektedir [3].



Şekil 3.7. Klinik uygulamalarda kullanılan işlenebilir lösit esaslı cam-seramiğin klinik uygulaması. (a) CEREC ® sistemi ile IPS Empress ® CAD restorasyonu için hazırlanmış büyük molar kusur. (b) Hazırlanan dişin dijital 3D modeli. (c) Sanal inlay tasarımı. (d) Sırlanmış ve yapıştırılmış IPS Empress ® CAD inlay. [7].

## 4. MATERYAL VE YÖNTEMLER

Bu bölümde lösit esaslı cam-seramiklerin üretimi ve karakterizasyon işlemleri için kullanılacak hammaddeler uygulanacak karakterizasyon yöntemlerinden (kimyasal analiz, faz analizi, dilatometrik analizler, DSC, tane boyutu analizi, SEM görüntülemesi) bahsedilmiştir. Ayrıca cam-seramiklerin üretimi için uygulanacak ısı işlem rejimleri ile üretilecek cam-seramiklere uygulanacak karakterizasyon (kimyasal analiz, faz analizi, dilatometrik analizler, optik mikroskop ve SEM görüntülemesi ve mekanik testler) açıklanmıştır.

### 4.1. Kullanılan Hammaddeler

Bu çalışmada iki farklı kompozisyona sahip amorf frit, aşağıda özellikleri ve kullanım amacı verilen hammaddeler kullanılarak üretilmeye çalışılmıştır.

#### 4.1.1. Feldspat

Tez çalışmasında ana hammadde olarak kullanılan ve kayaç halinde temin edilen potasyum feldspat (K-Feldspat,  $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ )'tır.

Feldspat kayaçları frit üretimi prosesinde kullanımını öncesi uygun kırıcıda kırılmıştır. İstenen boyuta getirilen feldspat parçaları öğütme işlemi için bilyeli değirmende öğütülmüştür.

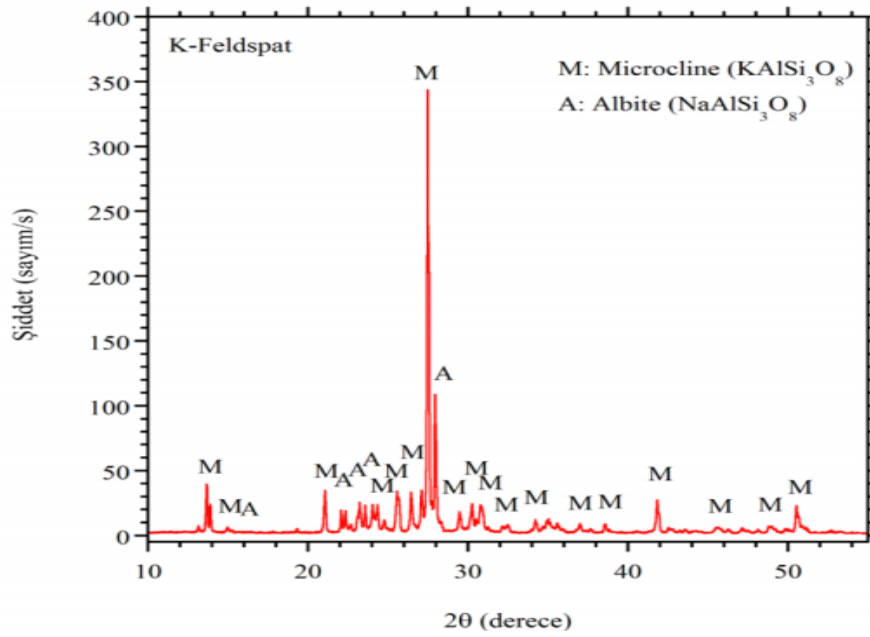
**Tablo 4.1.** Feldspat hammaddesinin kimyasal analizi.

Oksitler	Ağ. %
SiO <sub>2</sub>	60-65
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15-20
Na <sub>2</sub> O	2-3
K <sub>2</sub> O	10-15
CaO	0-1
MgO	0-0,1
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0-0,1
Diğer	0-5

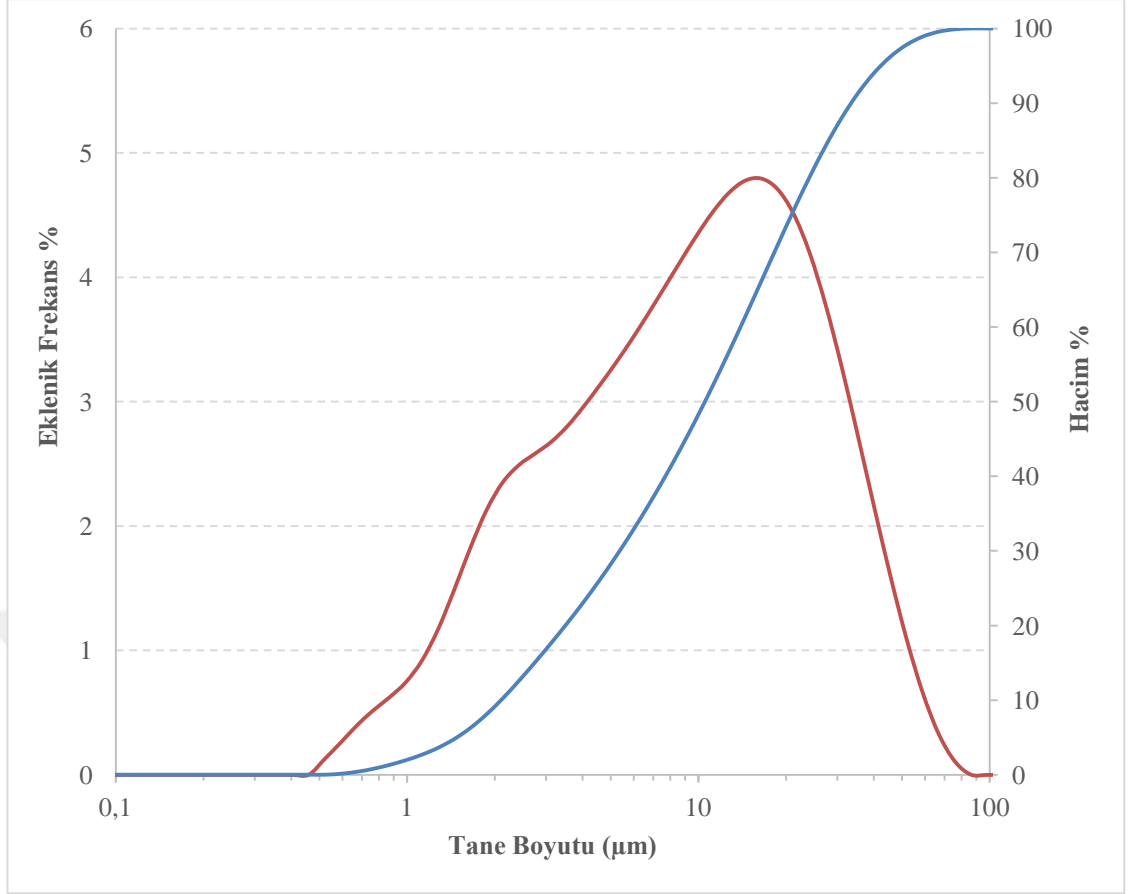
Toz haline gelen feldspat değirmenden alınarak eleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Toz haline gelen feldspatın kimyasal (XRF; X-ray flüoresans), faz (XRD; X-ray diffraksiyon) ve tane boyutu analizleri yapılmış kullanıma uygunluğu belirlenmiştir. Tablo 4.1’de feldspat hammaddesinin kimyasal analizi yer almaktadır.

Feldspat hammaddesine yapılan XRD analizi ve grafiği aşağıdaki Şekil 4.1’de verilmiştir. Buna göre, K-feldspat hammaddesinin mikroklin ( $\text{KAlSi}_3\text{O}_8$ ) (JCPDS No 01-083-2372) ve albit ( $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ ) (JCPDS No 01-075-1632) kristal fazlarından oluştuğu görülmektedir.

Ayrıca feldspat hammaddesinin tane boyut analizi gerçekleştirilmiş, sonuçlar Şekil 4.2’de gösterilmiştir. Bu sonuçlara göre öğütme işlemi sonrası ortalama tane boyutu (D50)  $\sim 12 \mu\text{m}$  altında, ince taneli toz elde edildiği görülmüştür.



Şekil 4.1. Feldspat hammaddesinin XRD faz analizi.



Şekil 4.2. K-Feldspat hammaddesinin tane boyutu analiz grafiği.

#### 4.1.2. Ferro Frit

Ferro frit içeriğinde az miktarda borik asit bulunur ve yüksek soda içerikli silika fritidir. Seramik kimyasalları birlikte eritilip hızlıca soğutulup ve öğütme işlemleri yapılarak ince toz haline getirilmiştir. Alkali içeriğinden dolayı ergitici olarak kullanılır. Ayrıca, üretilecek fritlere bor oksit ve kalsiyum oksit katkısı sağlar [23].

#### 4.1.3. Lityum Karbonat

Lityum karbonat ( $\text{LiCO}_3$ ) %99 saflıkta toz halindedir. Tane boyutu 74  $\mu\text{m}$ 'dur. Ergimeye yardımcı olarak kullanılır. Ayrıca ergime sırasında eriyik frit harmanının homojen karışmasına da katkı sağlamaktadır.

#### **4.1.4. Amonyum Biflorit**

Kimyasal formülü  $NH_4(HF)_2$ 'dir. Frit üretiminde silikat dağılayıcı ajan olarak kullanılır.

#### **4.1.5. Titanyum Dioksit**

Titanyum Dioksit ( $TiO_2$ ) %98 saflıkta temin edilmiştir. Tane boyutu 45  $\mu m$ 'dur. Frit üretiminde çekirdekleştirici etkisi için kullanılmıştır.

#### **4.1.6. Potasyum Karbonat**

Potasyum Karbonat ( $K_2CO_3$ ) %99,5 saflıkta toz halinde temin edilmiştir. ~ 63 $\mu m$  altı tane boyutuna sahiptir. Ergimeye yardımcı olmaktadır. Ayrıca potasyum karbonat fritin ergimesi ve karbonatın parçalanması sırasında akıcı hale gelen frit harmanının homojen olarak karışmasını sağlamaktadır.

#### **4.1.7. Diğerleri**

Amorf Frit, Baryum Karbonat gibi hammaddeler eklenmiştir.

### **4.2. Yöntem**

Hammadde karakterizasyon işlemleri yapılarak dental uygulamalar için kullanıma uygunluğu belirlenen feldspat hammaddesinin yanı sıra yukarıda bahsedilen frit yapıcılar ve oksitlerin ilavesiyle A Frit ve B Frit kompozisyonları belirlenmiştir (Tablo 4.2).

#### **4.2.1. Frit Üretimi**

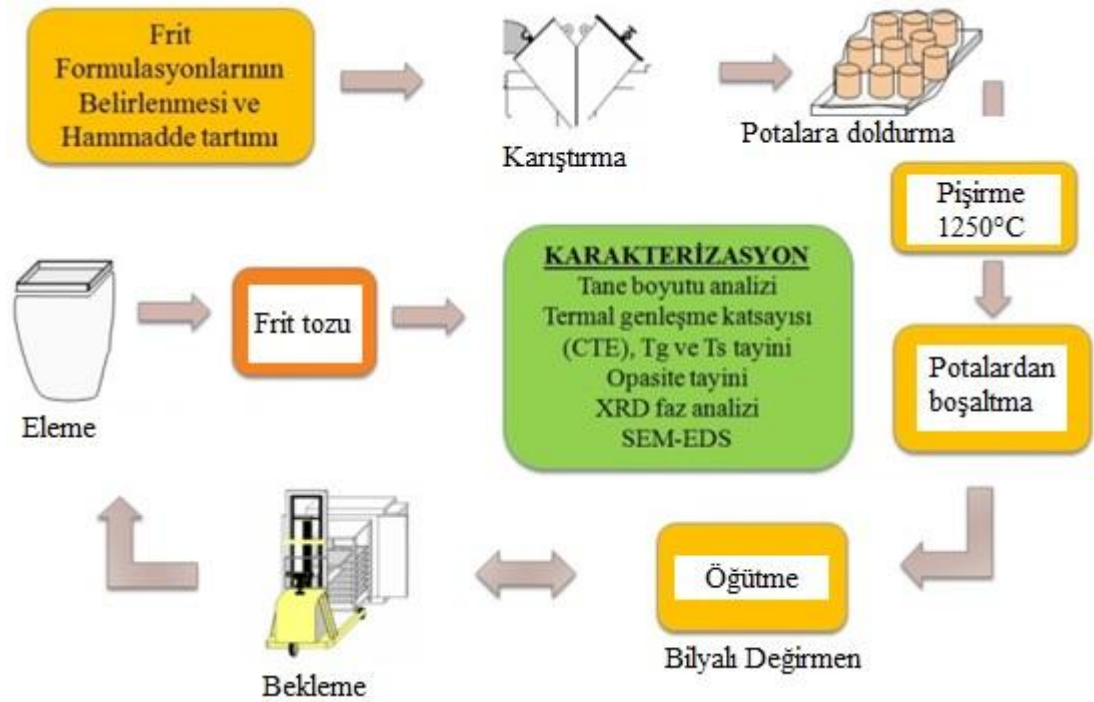
Literatür çalışmaları dikkate alınarak iki farklı frit kompozisyonu (A Frit ve B Frit) belirlenmiş (Tablo 4.2) ve feldspat hammaddesinin yanı sıra frit yapıcılar ve oksitlerin ilavesiyle üretilmiştir.

Frit üretimi için belirlenen A Frit ve B Frit reçetelerine uygun hammaddeler tartılmış ve karıştırılmıştır. Hazırlanan karışım alümina kaplı potalara doldurulmuş ve 1250 °C'de ergitilmiştir. Pişirme sonrası fırın içerisinde soğumaya bırakılmıştır ve daha sonra frit potalardan alınarak kırılmıştır.

Kırılan frit parçaları öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Öğütme sonrası toz haline getirilen frit 335 mesh (~ 43  $\mu m$ ) elekten elenmiştir. Frit üretim prosesi şematik olarak Şekil 4.3'te gösterilmiştir.

**Tablo 4.2.** Frit reçetelerinin oksit içerikleri.

Oksitler	Frit A	Frit B	Literatür[24]
SiO <sub>2</sub>	65.18-63.92		64.25
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15.74-15.83		16.46
Na <sub>2</sub> O	5.51-5.23		3.86
K <sub>2</sub> O	10.50-11.91		11.92
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.05-0.05		0.00
CaO	1.27-1.10		1.99
MgO	0.18-0.18		0.32
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.61-0.71		0.12
SrO	0.00-0.00		0.06
F	0.02-0.04		0.07
Kristal yapıcılar (BaO+Li <sub>2</sub> O+TiO <sub>2</sub> )	0.95-1.02		0.94
<b>TOPLAM</b>	100.0	100.0	100.0



**Şekil 4.3.** Frit üretim prosesi.

#### **4.2.2. Fritlerin Karakterizasyonu**

Bu bölümde üretilen fritlerin fiziksel, yapısal ve ısıl özellikleri farklı karakterizasyon teknikleri ile test edilecektir. Bu fritlerin ısıl genleşme katsayısı (CTE), camsız geçiş sıcaklığının ( $T_g$ ) tespit edilmesi için dilatometrik, faz içeriğini tespit etmek için x-ışını kırınım analizi (XRD), morfolojilerinin belirlenmesi için mikro yapı analizi ve kristallenme sıcaklığının belirlenmesi için diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ile analizinin yanı sıra tane boyut analizleri yapılmıştır.

##### **4.2.2.1. Dilatometrik Analiz**

1'er gram A ve B frit tozu 100 MPa basınç altında tek eksenli kuru preslenerek 10 mm çapında silindir formunda şekillendirilmiştir. Netzsch marka dilatometre ile 10 °C/dk'lık ısıtma hızıyla 950 °C ısıtılarak termal genleşme katsayıları (CTE) ve camsız geçiş sıcaklıkları ( $T_g$ ) belirlenmiştir.

##### **4.2.2.2. Faz Analizi**

A ve B frit tozlarının analizleri öğütme ve eleme işlemleri sonrası toz formunda X-ışını kırınım cihazı (D2 Phaser, Bruker) ile faz analizleri (XRD) yapılmıştır.

##### **4.2.2.3. Mikroyapı Görüntüleme**

Mikroyapı incelemeleri için tozlar optik mikroskop (Nikon Eclipse LV150N) ve taramalı elektron mikroskobu (Carl Zeiss 300 VP Gemini) altında incelenmiştir.

##### **4.2.2.4. Toz Tane Boyutu Analizi**

A ve B frit tozlarının öğütme sonrası tane boyutu analizler lazer kırınım tekniği ile yaş ortamda (Mastersizer 3000, Malvern) tane boyut analizi cihazı ile ölçülmüştür.

##### **4.2.2.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)**

A ve B frit tozlarının DSC analizleri 10 °C/dk'lık ısıtma hızıyla 1200 °C'ye ısıtılarak Gebze Teknik Üniversitesi, Alüminyum Araştırma Merkezi'nde Netzsch DSC 404 C Pegasus cihazında yapılmıştır.

### 4.3. Fritlerin Şekillendirilmesi

Amorf frit tozları 100 MPa basınç altında tek eksenli kuru preslenerek  $20 \times 14 \times 10 \text{ mm}^3$  ebatlarında dikdörtgen prizma (blok) şeklinde üretilmiştir. Ayrıca üretilen cam-seramiklerin opasite ölçümleri için 28 mm çapında ve 3 mm yüksekliğinde peletler yine kuru presleme tekniği ile üretilmiştir.

### 4.4. Isıl İşlem Rejimleri

Cam-seramik blokların üretimi için yapılan literatür araştırmaları sonucu iki basamaktan oluşan ısıl işlem uygulanacağı belirlenmiştir. Isıl işlemin ilk basamağı (çekirdekleşme sıcaklığı) vakumsuz olarak Naberterm marka kamara tipi fırında (Şekil 4.4) gerçekleştirilmiştir. İkinci basamağı ise (çekirdek büyüme sıcaklığı) vakumlu Goldenmoon marka porselen pişirme fırınında (Şekil 4.5) gerçekleştirilmiştir.



Şekil 4.4. Vakumsuz sinterleme fırını.





**Şekil 4.5.** Vakumlu Porselen pişirme fırını.

Numunelere uygulanan ısı işlem rejimi daha iyi takip edilebilmesi için numuneler kodlanmıştır. Örneğin “680/120-850/15” kodu A ya da B fritinin birinci basamak pişirme sıcaklığının 680°C olduğunu bu sıcaklıkta 120 dk beklenildiğini daha sonra sabit olarak belirlenen 10°C/dakika ısıtma hızıyla 850°C’ye çıkılıp bu sıcaklıkta 15 dk beklenildiğini ifade etmektedir. Bu rejimin uygulandığı frit kompozisyonuna bağlı kodun başına A ya da B harfi eklenir. Bekleme sonrası fırının kapağı 2 dk içinde otomatik açılır ve numune ağzı açık fırın ortamında soğutulur. Ayrıca örnekler eğer vakum özelliği kullanılmadan sinterlendiyse X ile belirtilmiştir.

#### A Frit Isıl İşlem Rejimi

İlk basamak bekleme sıcaklığının belirlenmesi için bloklara Tablo 4.3’te verilen ısı işlemler uygulanmıştır.

**Tablo 4.3.** A fritin deęişken birinci basamak sıcaklığına baęlı ısııl iřlem rejimleri.

<b>TN</b>	<b>KOD</b>	<b>1. Basamak sıcaklığı (°C)</b>	<b>1.Basamak Bekleme Süresi (Dakika)</b>	<b>2.Basamak Sıcaklığı (°C)</b>	<b>2.Basamak Bekleme Süresi (Dakika)</b>
1	A-600/60-900/0	600	60	900	0
2	A-680/60-900/0	680	60	900	0
3	A-700/60-900/0	700	60	900	0
4	A-725/60-900/0	725	60	900	0
5	A-750/60-900/0	750	60	900	0

İlk basamakta ısııl iřlem süresinin belirlenmesi için Tablo 4.4'te verilen ısııl iřlem denemeleri yapılmıřtır.

**Tablo 4.4.** Birinci basamak (step) bekleme süresinin belirlenmesi.

<b>TN</b>	<b>KOD</b>	<b>1.Basamak sıcaklığı (°C)</b>	<b>1.Basamak Bekleme Süresi (Dakika)</b>	<b>2.Basamak Sıcaklığı (°C)</b>	<b>2.Basamak Bekleme Süresi (Dakika)</b>
1	A-680/60-900/0	680	60	900	0
2	A-680/120-900/0	680	120	900	0
3	A-680/180-900/0	680	180	900	0

Son olarak ikinci basamak (çekirdek büyümesi) sıcaklığı ve süresini belirlemek için Tablo 4.5'te verilen ısıl işlem rejimleri uygulanarak cam-seramikler üretilmiştir.

**Tablo 4.5.** İkinci basamak (step) bekleme sıcaklığının ve süresinin belirlenmesi.

<b>TN</b>	<b>KOD</b>	<b>1.Basamak sıcaklığı (°C)</b>	<b>1.Basamak Bekleme Süresi (Dakika)</b>	<b>2.Basamak Sıcaklığı (°C)</b>	<b>2.Basamak Bekleme Süresi (Dakika)</b>
1	A-680/120-850/15	680	120	850	15
2	A-680/120-850/30	680	120	850	30
3	A-680/120-900/0	680	120	900	0
4	A-680/120-900/5	680	120	900	5
5	A-680/120-900/15	680	120	900	15
6	A-680/120-900/30	680	120	900	30
7	A-680/120-950/0	680	120	950	0

### B Frit Isıl İşlem Rejimi

B frit ile cam-seramik blok üretimi için ise Tablo 4.6'daki ısıl işlem rejimleri kullanılmıştır.

**Tablo 4.6.** B frit için uygulanan ısıl işlem rejimleri.

TN	KOD	1.Basamak sıcaklığı (°C)	1.Basamak Bekleme Süresi (Dakika)	2.Basamak Sıcaklığı (°C)	2.Basamak Bekleme Süresi (Dakika)
1	B-600/60-850/5	600	60	850	5
2	B-640/60-850/5	640	60	850	5
3	B-680/60-850/5	680	60	850	5
4	B-600/60-850/15	600	60	850	15
5	B-640/60-850/15	640	60	850	15
6	B-680/60-850/15	680	60	850	15

### **4.5. Üretilen ve Ticari Cam-Seramiklerin Test ve Karakterizasyonları**

Bu çalışma kapsamında üretilen cam-seramiklerle temin edilen Vita (Mark II), ivoclar (IPS Empress Cad) ve Sirona (Cerec blocs) marka ticari cam-seramik blokların karakterizasyon işlemleri yapılmıştır. Üretilen ve temin edilen cam-seramik blokların faz içeriklerini belirlemek için x-ışını kırınımı analizi, ısıl genleşme katsayılarını, yumuşama sıcaklıklarını ve camsı geçiş sıcaklıklarını belirlemek için dilatometrik analizler, mikroyapı görüntülemesi ve mekanik testler (biaksiyal eğme testi, vickers sertlik ve iz kırığı tokluğu testleri) yapılmıştır.

Üretilen cam-seramiklerin karakterizasyon çalışmaları için blok, pelet ve diktörgen çubuk formunda numuneler hazırlanmıştır.

#### 4.5.1. Arşimed Metodu ile Yoğunluğun Ölçülmesi

Sinterlenmiş numunelerin yoğunluğu, ASTM-C373 standardına göre Arşimed prensibi ile belirlenmiştir. Kuru, su içerisindeki ve ıslak ağırlıkları ölçülen örneklerin su içerisinde kapladıkları hacimlerinin kuru ağırlıklarına bölünmesi ile arşimed yoğunlukları belirlenir [25].

$$V = M - S \quad (4.4)$$

$$B = D/V \quad (4.5)$$

V: Hacim (cm<sup>3</sup>),

M: Örneğin ıslak ağırlığı (g),

S: Örneğin sudaki ağırlığı (g),

D: Örneğin kuru ağırlığı (g),

B: Arşimed yoğunluğu (g/cm<sup>3</sup>).

#### 4.5.2. Faz Analizleri

Üretilen ve temin edilen ticari dental cam-seramik blokların mevcut faz içeriklerini belirlemek için x-ışını kırınım (XRD) analizi, Bruker marka D2 Phaser ile gerçekleştirilmiştir. Bloklar önce kırılıp sonra havanda öğütülerek faz analizleri gerçekleştirilmiştir.

#### 4.5.3. Dilatometrik Analizler

Cam-seramikler 5×5×45 mm boyutunca çubuk şeklinde üretilmiş ve ticari dental bloklar da bu boyutlarda kesilmiştir. Dilatometrik testleri Netzch marka dilatometre ile oda sıcaklığından 10 °C/dk'lık ısıtma hızıyla 950 °C'ye çıkararak doğrusal ısıl genleşme katsayısı (CTE), camsı geçiş sıcaklıkları (Tg) ve yumuşama sıcaklıkları (Ts) belirlenmiştir.

#### 4.5.4. Mikroyapısal Karakterizasyon

Üretilen cam-seramik bloklar ile temin edilen ticari cam-seramik bloklar hassas kesme yöntemi ile kesilerek soğuk kalıplanmıştır. Soğuk kalıplama yöntemi ile kalıplanan örneklerin önce zımparalama sonra parlatma işlemleri yapılmış ve %3'lük HF çözeltisi ile 15 sn dağlama işlemi gerçekleştirilmiştir. Optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu ile mikroskobik incelemeleri yapılmıştır.

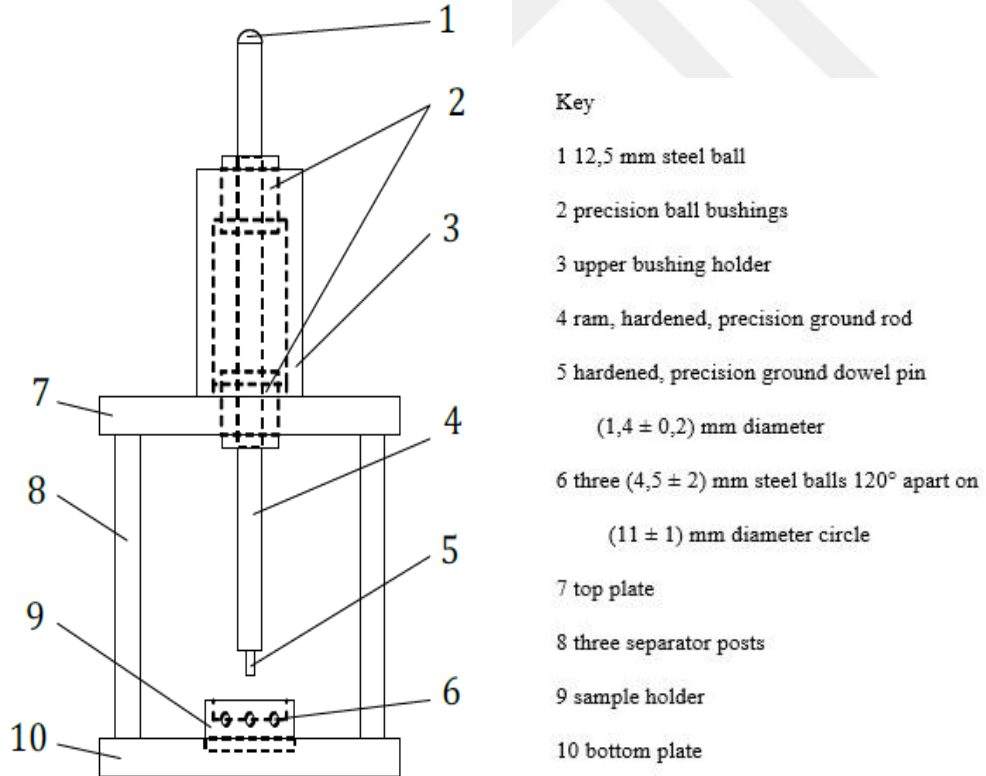
#### 4.5.5. Mekanik Testler

Mekanik testler (biaksiyal eğme testi, vickers sertlik ve iz kırığı tokluğu testleri) yapılmıştır.

##### 4.5.5.1. Biaksiyal Eğme Testi

Biaksiyal eğme testi için ISO 6872 Dış Hekimliği – Seramik Malzemeler standartında da belirtildiği gibi  $14 \pm 2$  çapında  $1,2 \pm 0,2$  yüksekliğinde beşer adet pelet şeklinde örnekler üretilmiştir. Bu örnekler tek eksenli pres ile 100 MPa basınç altında kuru presleme yöntemi kullanılarak şekillendirilmiş, belirlenen Tablo 4.6’da belirlenen ısı işlem rejimlerine göre sinterlenmiştir.

Peletlerin eğme testi ISO 6872 standartlarında hazırlanan biaksiyal eğme test aparatı ile çekme cihazında (Schimadzu) yapılmıştır (Şekil 4.6). Testlerde yük ucu ile Şekil 4.7’da gösterildiği gibi 3 adet bilya üzerine yerleştirilmiş peletlerin orta noktasına yük uygulanmıştır.



Şekil 4.6. Biaksiyal eğme test aparatı [26].

Kırılma gerçekleştikten sonra formül kullanılarak biaksiyal eğme sonuçları hesaplanmıştır.

$$\sigma = -0,2387P(X - Y)/b^2 \quad (4.6)$$

Bu formülde;

$\sigma$ : Maksimum gerilme (MPa),

P: Kırılma yükü (N),

$$X = (1 + \nu) \ln(r_2/r_3)^2 + [(1 - \nu)/2] \times (r_2/r_3)^2, \quad (4.7)$$

$$Y = (1 + \nu) \times [1 + \ln(r_1/r_3)^2] + [(1 - \nu) \times (r_2/r_3)^2], \quad (4.8)$$

$\nu$ : Poisson oranı (0,25),

$r_1$ : Bilyalar arasındaki yarıçap (mm),

$r_2$ : Pin yarıçapı (mm),

$r_3$ : Örnek yarıçapıdır (mm).



Şekil 4.7. Biaksiyal test aparatı.

#### 4.5.5.2. Sertlik Testi

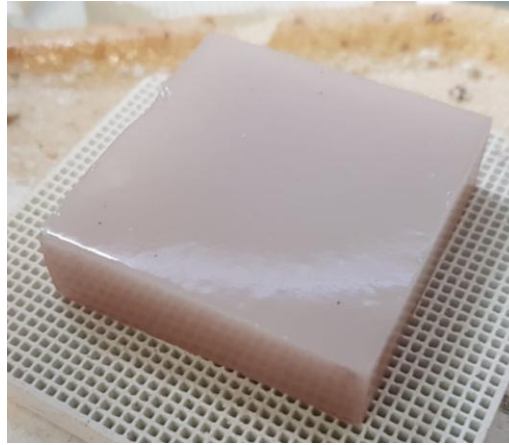
Üretilen cam-seramik bloklar ile Vita Mark II, IPS Empress CAD, Sirona Cerec Blocs sertlik değerlerini belirlemek için parlatılmış porselen numune yüzeylerine mikrosertlik testi yapılmıştır. Yüzeyi parlatılmış numunelere 4,9 N'luk yük altında 15 saniye boyunca (HV0,5: 0,5 kgf) 5 adet ölçüm alınarak vickers izi sertlik testi uygulanmıştır. Sertlik değerleri aşağıdaki denklem kullanılarak, oluşan her bir izin diagonal uzunluğundan hesaplanır [27].

$$HV = 1,854 P/d^2 \quad (4.9)$$

Buraya HV Vickers sertliği, P Uygulanan yük (kgf), d ( $d_1*d_2$ ) ortalama diagonal uzunluktur ( $d_1$  ve  $d_2$  = köşegen uzunlukları, mm).

#### 4.5.5.3. Ultrason Ses Dalgası Tekniği ile Elastisite Modülü ve Poisson Oranı Hesabı

Ultrason ses dalgası tekniği ile elastisite modülü değerinin hesaplanması için ASTM E494-95 standartına [27] uygun olarak kuru presleme yöntemi ile Şekil 4.8'de gösterilen cam-seramik plaka ( $4 \times 4 \times 11,5$  cm) üretilmiştir.



**Şekil 4.8.** Ultrason ses dalgası tekniği ile elastisite modülü değerinin hesaplanması için üretilen cam-seramik plaka.

İzmir Gedik Test Merkezi'nde gerçekleştirilen deneyde üretilen plakaya uygun General Electric (GE) marka USM GO cihazı ile proplar yardımıyla Şekil



4.9’da gösterildiği gibi ses dalgaları gönderilmiş, enine ve boyuna ses hızları belirlenmiştir.



**Şekil 4.9.** Ultrason ses dalgası testi.

0° prop ile boyuna dalga (4 MHz) gönderilmiş ve ses hızı 5530,2 m/s ölçülmüştür. 45° prop ile enine dalga (4 MHz) gönderildiğinde ise ses hızı 3189 m/s ölçülmüştür.

➤ Poisson oranının hesaplanması için;

$$\gamma = \left[ 1 - 2 \left( \frac{V_s}{V_l} \right)^2 \right] / 2 \left[ 1 - \left( \frac{V_s}{V_l} \right)^2 \right] \quad (4.10)$$

$\gamma$ : Poisson oranı,

$V_s$ : Enine ses hızı (m/s),

$V_l$ : Boyuna ses hızı (m/s).

➤ Elastisite modülünü hesaplanması için;

$$E = [\rho V_s^2 (3V_l^2 - 4V_s^2)] / (V_l^2 - V_s^2) \quad (4.11)$$

$\rho$ : yoğunluk ( $\text{kg/m}^3$ ),

$V_s$ : Enine ses hızı (m/s),

$V_l$ : Boyuna ses hızı (m/s),

E: Elastisite Modülü.

#### 4.5.5.4. İz Kırığı Tokluğu Testi

Çalışmada iz kırığından yola çıkılarak sinterlenen peletlerin iz kırığı tokluk değeri ( $K_{IC}$ ) Vickers iz yöntemi ile ölçülmüştür.  $K_{IC}$  değerlerini hesaplamalarında Anstis ve arkadaşlarının geliştirdiği aşağıdaki eşitlik kullanılmıştır [28].

$$K_{IC} = \xi \left( \frac{E}{H} \right)^n P c^{-3/2} \quad (4.12)$$

Bu formülde  $\xi$  malzemede bağımsız bir sabit ve değeri 0,016'dır, n vickers testinde üretilen radyal çatlaklar için boyutsuz sabitidir ve değeri 0,5 olarak alınır, H sertlik değeri, E elastisite modülü, P vickers testinde iz yükü, c iz yüzeyinden ölçülen ortalama çatlak uzunluğu (Palmqvist çatlak uzunluğu) şeklinde ifade edilir.

#### 4.5.5.5. İşlenebilirlik Testi

Üretilen cam-seramik blokların işlenebilirlik özelliklerini incelemek için N4 Impression kazıma cihazında farklı modeller işlenerek işlenebilirlik özellikleri incelenmiştir.

## 5. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

Bu çalışmada lösit esaslı cam-seramiklerin üretimi ve karakterizasyonu hedeflenmiştir. Bu hedef doğrultusunda cam-seramiklerin üretimi için ilk olarak uygun hammaddeler temin edilmiş ve iki farklı kompozisyonda frit üretimi ve bu fritlerin üretiminde kullanılan potasyum feldspat ana hammaddesinin karakterizasyonu yapılmıştır. Ardından fritlere uygulanacak ısıl işlem rejimleri belirlenmiş ve cam-seramikler üretilerek karakterizasyon işlemleri yapılmıştır.

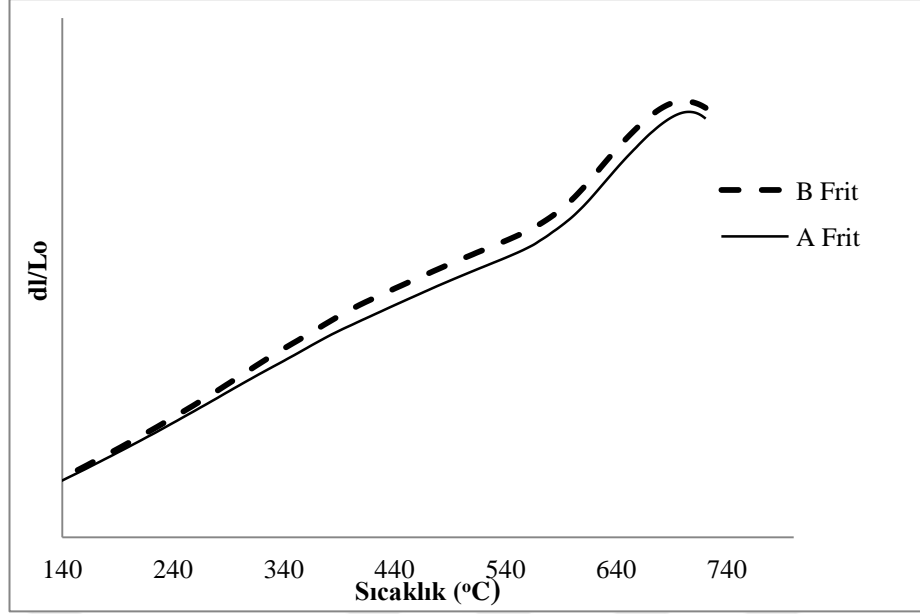
### 5.1. Fritlerin Karakterizasyonu

Bu bölümde üretilen A ve B fritlerinin fiziksel, kimyasal, yapısal ve ısıl özellikleri farklı karakterizasyon teknikleri ile incelenmiştir. Fritlerin ısıl genleşme katsayısının (CTE), camsı geçiş sıcaklığının (T<sub>g</sub>) tespit edilmesi için termal, kimyasal kompozisyonunu belirlemek için elementel (XRF), faz içeriğinin tespit edilmesi için x-ışını kırınımı (XRD) analizleri, toz tane morfolojilerinin belirlenmesi için görüntüleme (SEM) ve toz tane boyutları belirlemek için lazer kırınım tane boyut analizlerinin (PSD) yanı sıra, çekirdeklenme ve kristallenme sıcaklıklarının belirlenmesi için yüksek sıcaklık diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizleri yapılmıştır.

#### 5.1.1. Termal Analizler

A ve B frit tozlarının termal davranışlarını incelemek için frit tozları 10 mm çapında peletler haline getirilip dilatometre cihazında 950 °C'ye kadar 10°C/dk ısıtma hızıyla ısıtılması planlanmıştır. Şekil 5.1'de A ve B frit tozlarının dilatometrik davranışı görülmektedir. Cihaz A frit tozunun yumuşama noktasına (598°C) kadar ısıtma uygulamış sonrasında ısıtmayı kesmiştir. Camsı geçiş sıcaklığı (T<sub>g</sub>) 544°C ve ısıl genleşme katsayısı (CTE)  $9,16 \times 10^{-6}$  1/K olarak ölçülmüştür.

B frit için ise camsı geçiş sıcaklığı (T<sub>g</sub>) 501°C iken ısıl genleşme katsayısı (CTE)  $8,87 \times 10^{-6}$  1/K olarak ölçülmüştür. Bu düşük CTE değerleri her iki frit tozunun da amorf yapıda olabileceğini söylemektedir. Çünkü literatür sonuçlarına göre amorf fritlerin CTE değerleri  $8.5 \times 10^{-6}$  1/K olarak belirtilmektedir [20].



**Şekil 5.1.** A ve B Frit dilatometrik analizi.

### 5.1.2. X-Işını Floresans (XRF) Analizi

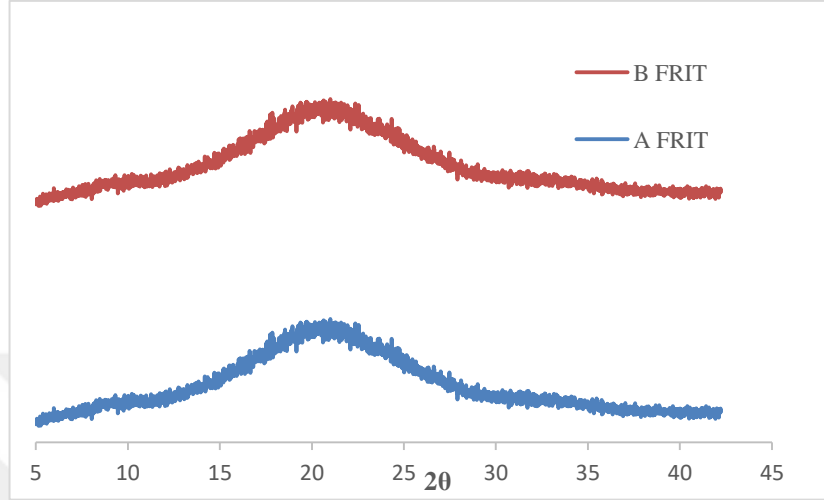
Üretilen frit tozlarının kimyasal oksit içerikleri hazırlanan reçeteler ile karşılaştırılması için tozlara XRF analizleri yapılmıştır. Tablo 5.1 'de A ve B frit tozlarının analizleri verilmiştir.

**Tablo 5.1.** Üretilen A ve B fritlerin kimyasal kompozisyonu.

OKSİTLER	A Frit	B Frit
<b>SiO<sub>2</sub></b>	60,0-65,0	
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	13,0-20,0	
<b>Na<sub>2</sub>O</b>	3,0-8,0	
<b>K<sub>2</sub>O</b>	9,0-15,0	
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	0,0-0,1	
<b>TiO<sub>2</sub></b>	0,0-0,5	
<b>CaO</b>	0,0-2,0	
<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	0,0-0,1	
<b>MgO</b>	0,0-1,0	
<b>ZnO</b>	0,0-0,5	
<b>SnO<sub>2</sub></b>	0,0-0,5	
<b>BaO</b>	0,0-0,5	

### 5.1.3. X-Işını Kırınım (XRD) Analizi

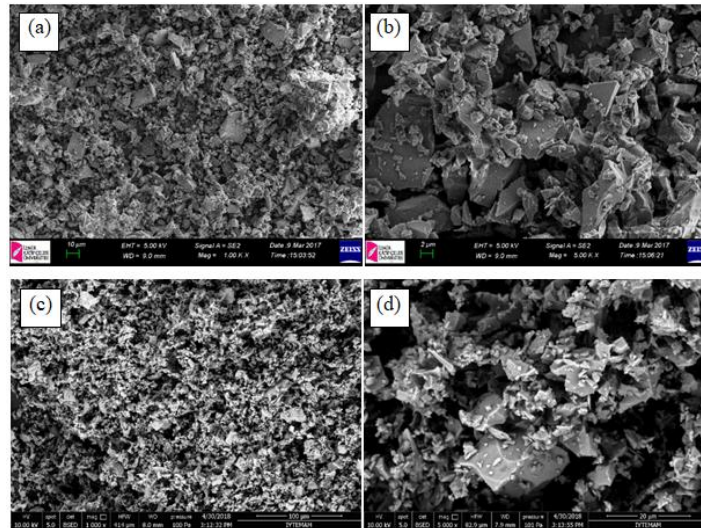
Üretilen A ve B fritlerin XRD analizi sonuçları Şekil 5.2’de verilmiştir. Her iki fritin grafiklerinin de kambur şeklinde olduğu ve paternlerinde herhangi bir pik gözlenmemiştir dolayısıyla fritlerin amorf yapıda oldukları görülmektedir.



Şekil 5.2. A ve B Fritlerinin XRD grafiği.

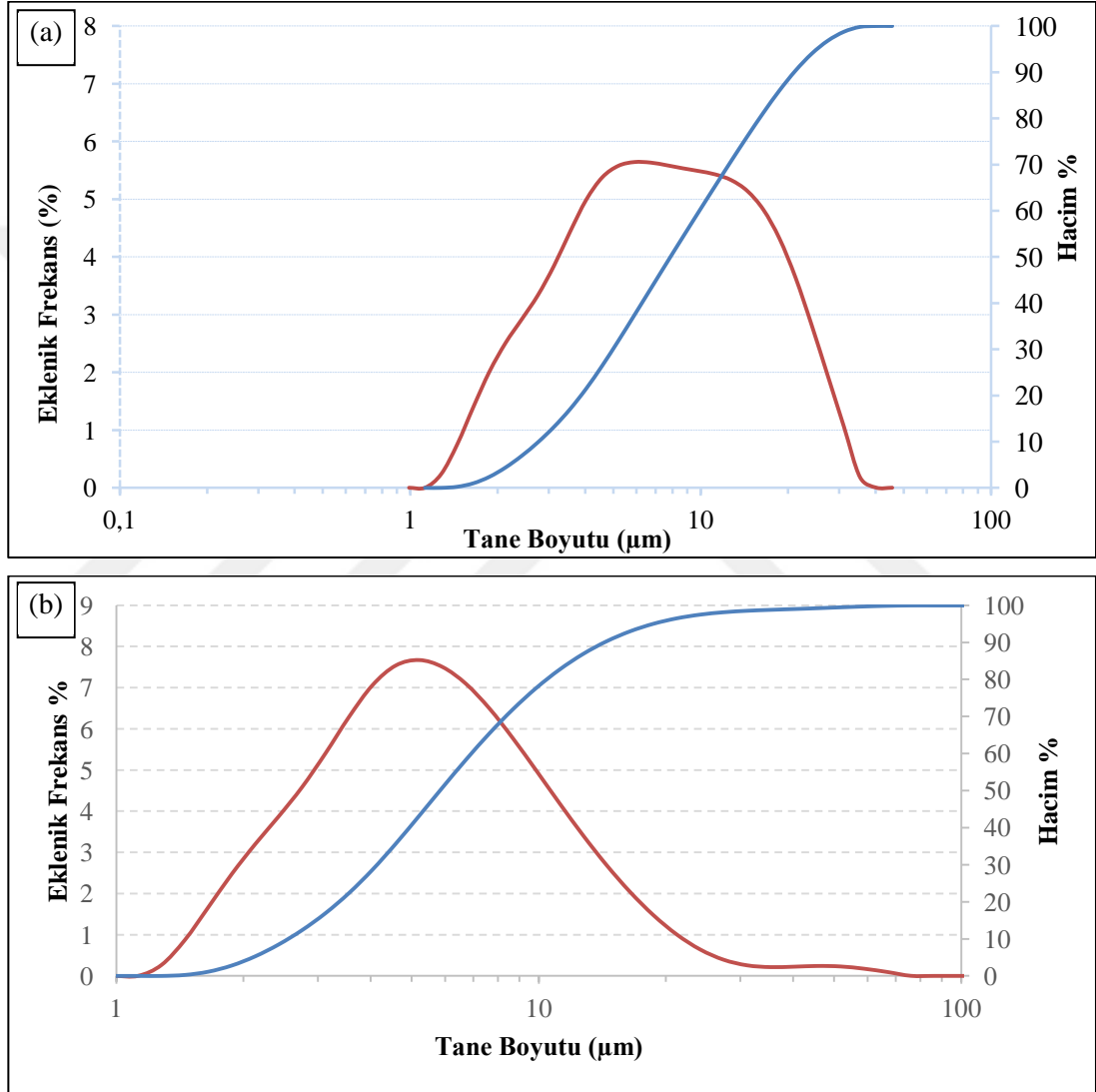
### 5.1.4. Tozların Tane Boyut Analizi ve Morfoloji İncelemesi

Frit tozlarının tane morfolojisi ve yine tane boyutu hakkında bilgi sahibi olmak için toz elektron mikroskop altında incelenmiştir. Şekil 5.3’de A ve B frit tozlarının farklı büyütmelerdeki toz görüntüleri verilmiştir.



Şekil 5.3. A fritin a) 1000X ve b) 5000X büyütmelerde SEM görüntüleri, B fritin c) 1000X ve d) 5000X büyütmelerde SEM görüntüleri.

SEM görüntülerine göre son derece keskin köşeli 20-30 mikron tane büyüklüklerinden nano boyutlara kadar inen ince frit toz taneleri görülmektedir. Şekil 5.4'te ise A ve B fritlerin tane boyut analiz sonuçları verilmiştir. A fritin ortalama değeri (D50) ~8  $\mu\text{m}$  büyüklüğünde, B fritin D50 değeri ise ~4  $\mu\text{m}$  büyüklüğündedir. Ayrıca B fritin tane boyut grafiği incelendiğinde farklı boyutlarda taneler içerdiği görülmektedir.

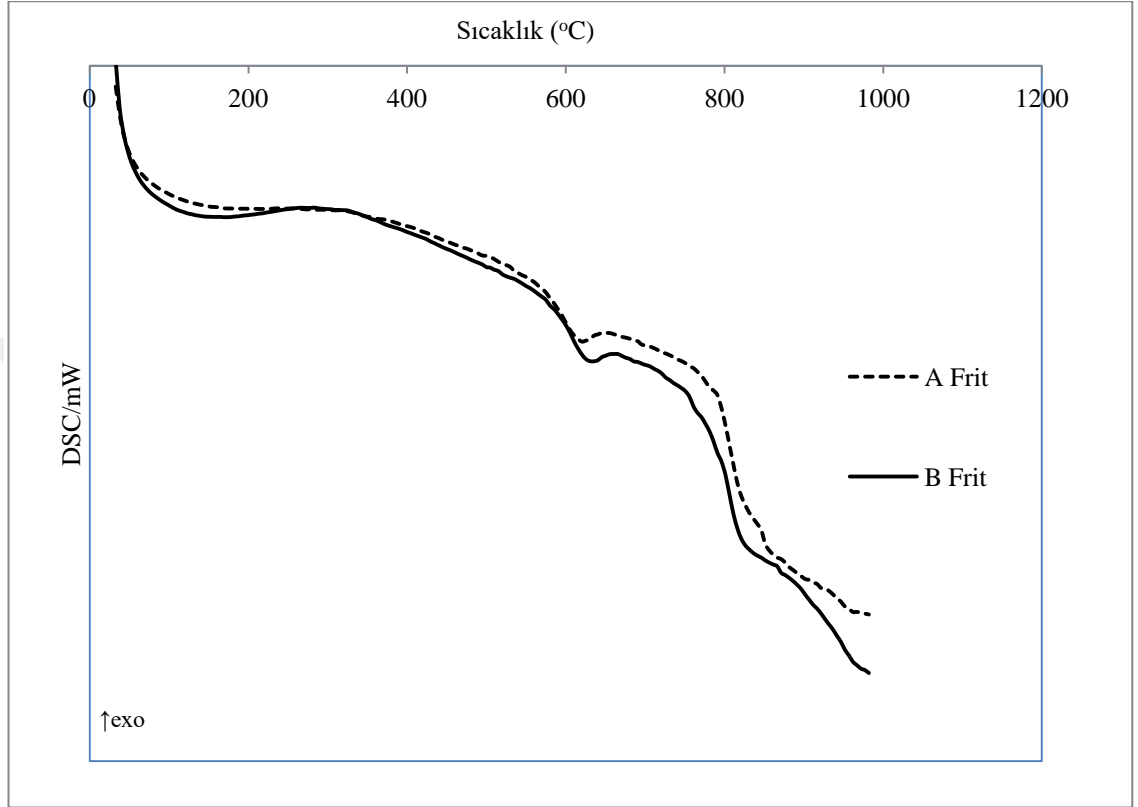


Şekil 5.4. a) A ve b) B fritlerinin tane boyut analizleri.

### 5.1.5. Diferansiyel Taramalı Kalorimetre (DSC)

Frit tozlarının camsı geçiş ve kristallenme sıcaklıkları tayini için tozların yüksek sıcaklık diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) analizleri yapılmıştır. A ve B fritlerinin DSC eğrileri Şekil 5.5'te görüldüğü gibidir. Grafik incelendiğinde 560-600°C arasında eğrinin eğiminde keskin bir değişim gözlenmektedir. Bu aralıkta

camsı geiş (T<sub>g</sub>) sıcaklığı olduėu düşünölmektedir. Yine eėride 800-840°C sıcaklıklarda eėri eėiminde keskin bir deėişim görölmektedir. Bu sıcaklık aralıėının ise yumuşama sıcaklığı olduėu düşünölmektedir. Bunlar dıőında 640-680°C arasının da camsı geiş sıcaklığını gösterdiėi düşünölmektedir.



Őekil 5.5. Frit A ve B'nin DSC grafiėi.

## 5.2. Cam-Seramik Malzemelerin Karakterizasyonu

Bu kısımda Bölüm 4.2.4'te belirtilen ısıl iőlem rejimleri uygulanarak üretilen cam-seramiklerin karakterizasyon iőlemleri yapılmıőtır.

### 5.2.1. Arőimed Yoėunluėu

Üretilen cam-seramik blokların arőimed yoėunlukları Tablo 5.2'de verilmiőtir. Camların yoėunlukları 2,4-2,8 g/cm<sup>3</sup> aralıėında deėişmektedir [29]. Literatür bilgileri incelendiėinde ve arőimed sonuçları ile karőılaőtırıldıėında ortalama yoėunluk deėeri cam-seramikler için uygundur.

**Tablo 5.2.** Cam-Seramiklerin Arşimed Yoğunlukları.

KOD	Arşimed Yoğunluğu (g/cm <sup>3</sup> )
A-680/120-900/0	2,34
A-680/120-900/15	2,32
A-680/120-900/30	2,31
B-680,/60-850/5	2,32
B-680/60-850/15	2,29
ortalama	2,32
standart sapma	0,016

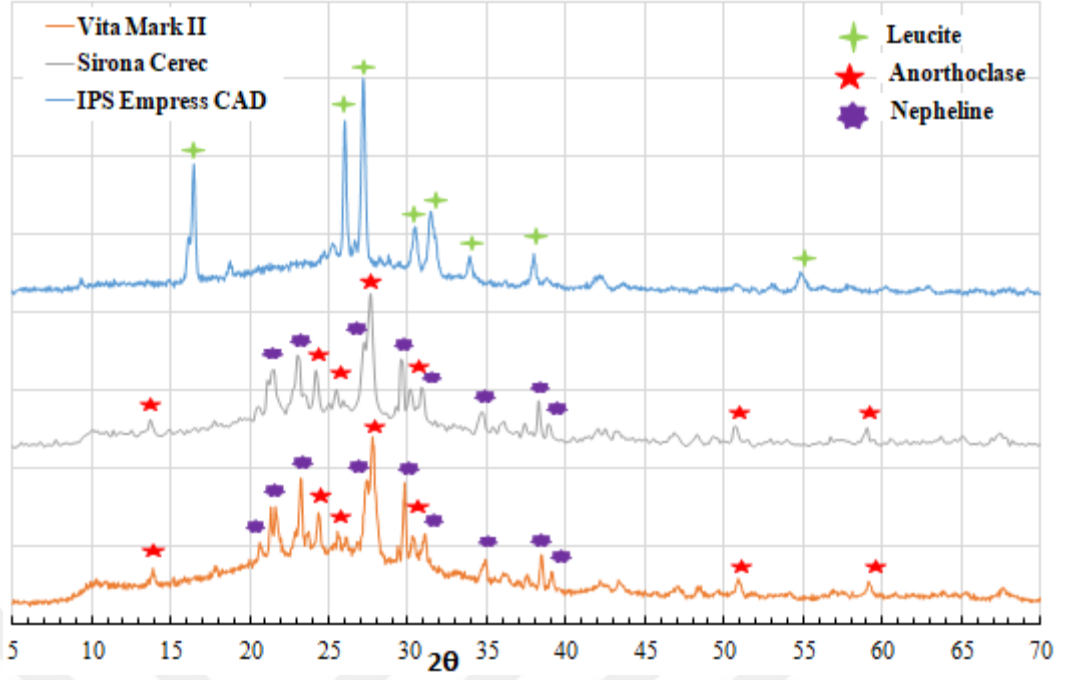
### 5.2.2. Kristalografik İnceleme ve Faz Analizleri

Üretilen cam-seramiklerin ve ticari cam-seramik blokların yapılarında oluşan fazlar X-ışını kırınımı yöntemi ile belirlenmiştir. Bloklardan parça kesilip toz haline getirilip toz formunda analizler yapılmıştır.

Ticari dental cam-seramik blokların x-ışını kırınım (XRD) analizleri yapılarak mevcut kristal faz tayini yapılmıştır. Şekil 5.6'da örneklerin XRD analizleri verilmiştir. Analiz sonuçlarına göre, Ivoclar IPS Empress CAD numunesi cam fazın yanı sıra tetragonal lösit [ $\text{KAlSi}_2\text{O}_6$ ] kristal fazı (JCPDS No: 00-038-1423) içermektedir. Buna karşılık, Vita Mark II ve Sirona Cerec Blocs örneklerinde ise camsı faz yanında nefelin [ $(\text{Na,K})\text{AlSiO}_4$ ] (JCPDS No 01-083-2372) ve anortoklas [ $(\text{Na,K})\text{AlSi}_3\text{O}_8$ ] (JCPDS No 01-075-1632) kristal fazları tespit edilmiştir.

A frit ile üretilen örneklerin çekirdeklenme sıcaklığını belirlemek için üretilen A-600/60-970/0, A-680/60-970/0, A-700/60-970/0, A-725/60-970/0 ve A-750/60-970/0 kodlu örneklerin XRD grafikleri Şekil 5.7'de verilmiştir. Grafikler incelendiğinde A-725/60-970/0 ve A-750/60-970/0 kodlu örneklerin patternlerinde lösit kristal piklerinin yanısıra sanidin kristal piklerine rastlanmıştır. Ayrıca vakumlu (A-680/60-970/0) ortam ile vakumsuz (A-680/60X-970/0X) ortamda sinterlenen cam-seramiklerin XRD grafikleri karşılaştırıldığında yalnızca vakumlu ortamda yeni lösit piklerinin oluştuğunu pik şiddetlerinin neredeyse aynı olduğunu görülmüştür.

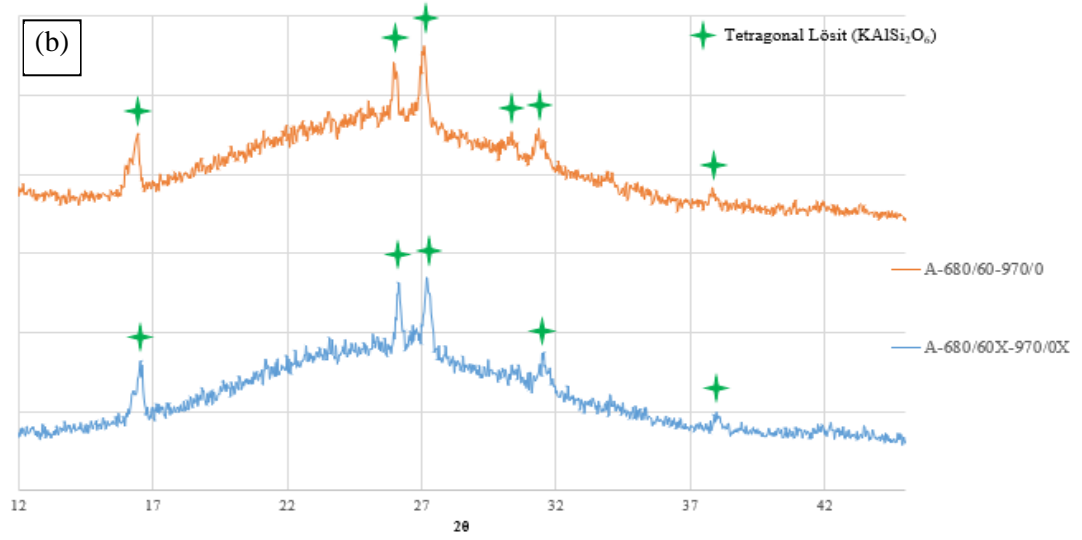
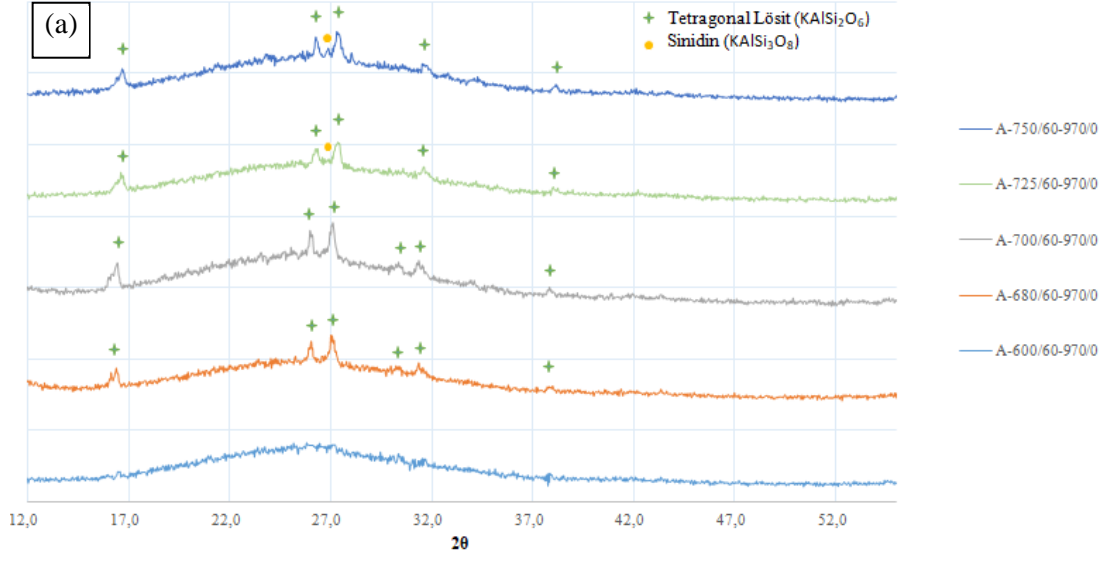




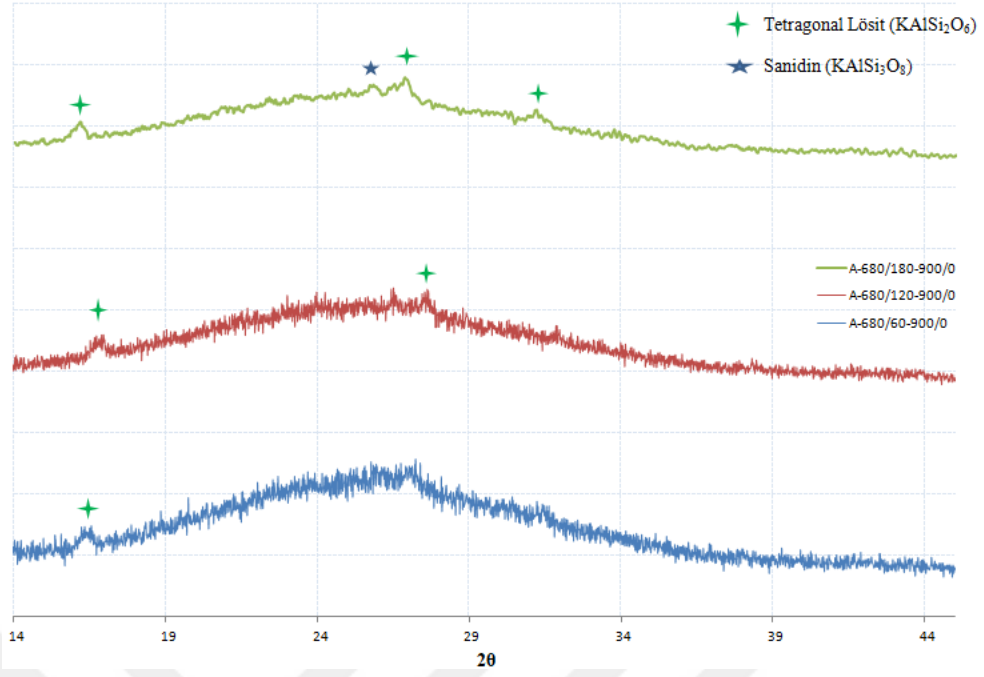
**Şekil 5.6.** Ticari Blokların X-ışını Kırınım Analizi.

A frit ile üretilen örneklerin çekirdeklenme sıcaklığında bekleme süresinin etkisini incelemek için üretilen A-680/60-900/0, A-680/120-900/0, A-680/180-900/0 kodlu örneklerin XRD grafikleri Şekil 5.8’de verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde tümünde camsı fazı temsil eden kambur görülmektedir. Ayrıca 180 dakika bekleme yapılan cam-seramik örneğinde sanidin pikine rastlanmıştır. 120 dakika bekleme yapılan örnekte lösit pikleri oluşmaya başlarken 60 dakika bekleme yapılan örnekte neredeyse pik oluşmamış denecek azdır.

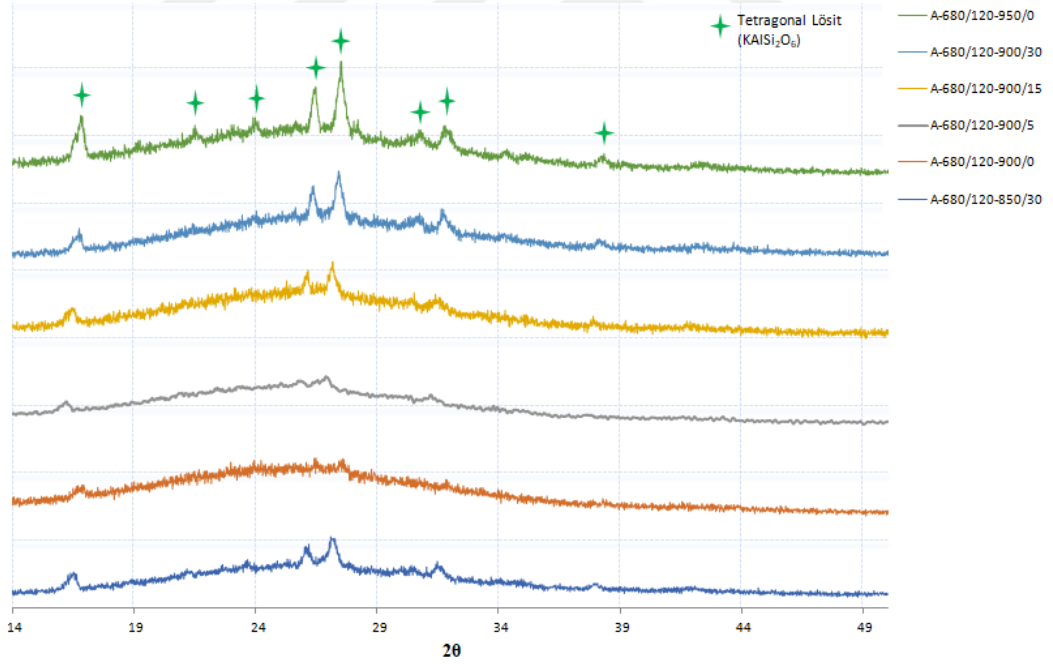
A frit ile üretilen örneklerin kristallenme sıcaklığı ve bekleme süresini etkisini incelemek için A-680/120-850/30, A-680/120-900/0, A-680/120-900/5, A-680/120-900/15, A-680/120-900/30, A-680/120-950/0 kodlu örneklerin XRD grafikleri Şekil 5.9’da verilmiştir. Grafikler incelendiğinde kristallenme sıcaklığında bekleme yapılan örneklerde bekleme yapılmayan örneklere göre lösit pik şiddeti artmıştır. Ayrıca tüm örneklerde camsı faz içeriğini temsil eden kambur ve tetragonal lösit kristal fazı görülmektedir.



**Şekil 5.7.** a) A-600/60-970/0, A-680/60-970/0, A-680/60X-970/0X, A-700/60-970/0, A-725/60-970/0 ve A-750/60-970/0 kodlu örneklerin XRD grafiği, b) Vakumlu (A-680/60-970/0) ortam ile vakumsuz (A-680/60X-970/0X) ortamda sinterlenen cam-seramiklerin XRD grafiklerinin karşılaştırılması.



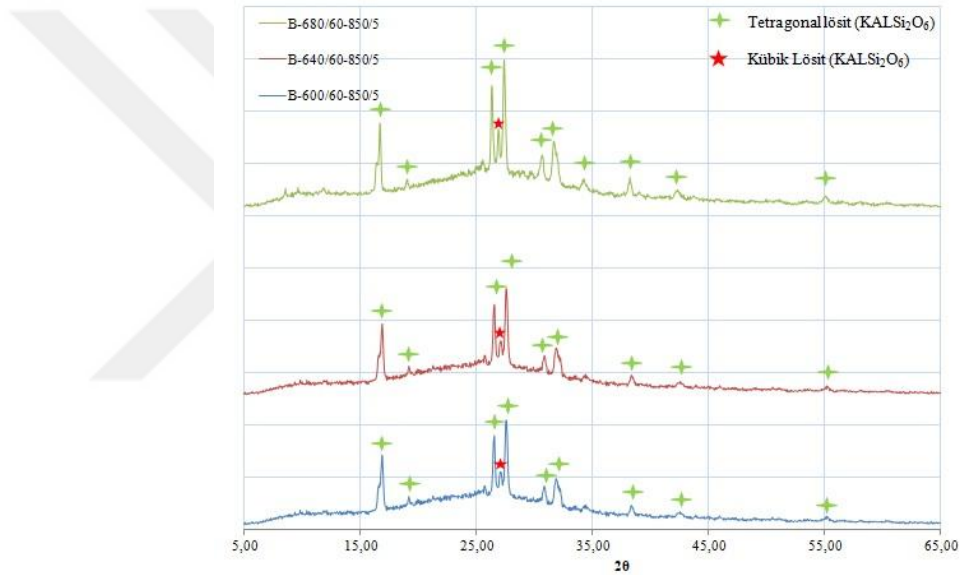
**Şekil 5.8.** A-680/60-900/0, A-680/120-900/0, A-680/180-900/0 kodlu örneklerin XRD grafiği.



**Şekil 5.9.** A-680/120-850/30, A-680/120-900/0, A-680/120-900/5, A-680/120-900/15, A-680/120-900/30, A-680/120-950/0 kodlu örneklerin XRD grafiği.

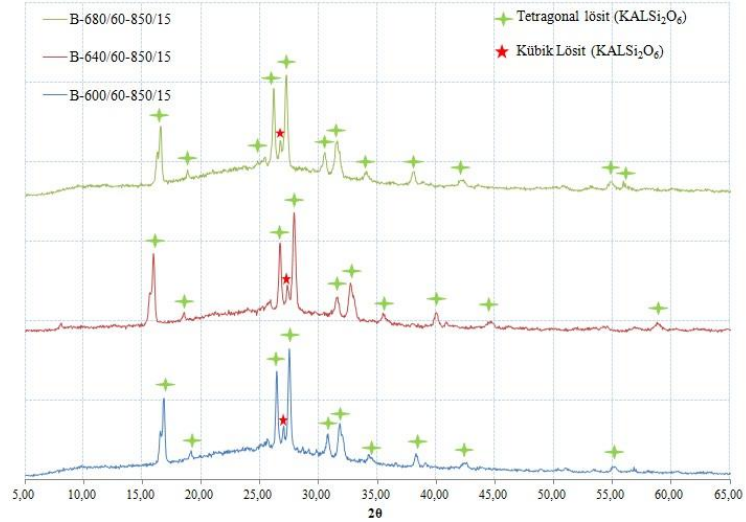
B frit ile üretilen cam-seramiklerin mevcut kristal faz içeriğini incelemek için yapılan X-ışını kırınım (XRD) analizleri Şekil 5.10 ve Şekil 5.11’de verilmiştir. Analiz sonuçlarına göre, tüm örneklerde camsı fazın yanı sıra tetragonal lösit [KAlSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>] kristal fazı (JCPDS No: 00-038-1423) ve kübik lösit [KAlSi<sub>2</sub>O<sub>6</sub>] kristal fazı (JCPDS No: 01-076-2298) içermektedir.

Şekil 5.10’da çekirdeklenme sıcaklığı 600°C, 640°C ve 680°C olarak belirlenen ve bu sıcaklıklarda 60 dk beklenip 850°C’de 5 dk beklenen örneklerin XRD grafikleri incelendiğinde çekirdeklenme sıcaklığı arttıkça tetragonal ve kübik lösit kristal pik şiddetlerinin arttığı tespit edilmiştir.



**Şekil 5.10.** B frit ile üretilen ve kristallenme sıcaklığında (850 °C) 5 dakika bekleme yapılan örneklerin XRD grafiği.

Şekil 5.11’de de çekirdeklenme sıcaklığı 600°C, 640°C ve 680°C olarak belirlenen ve bu sıcaklıklarda 60 dk beklenip 850°C’de 15 dk beklenen örneklerin XRD grafikleri verilmiş ve çekirdeklenme sıcaklığı arttıkça tetragonal ve kübik lösit kristal pik şiddetlerinin arttığı tespit edilmiştir. Ayrıca B-680-60/850-15 kodlu örnekte yeni tetragonal lösit piklerinin de oluşmaya başladığı görülmüştür.

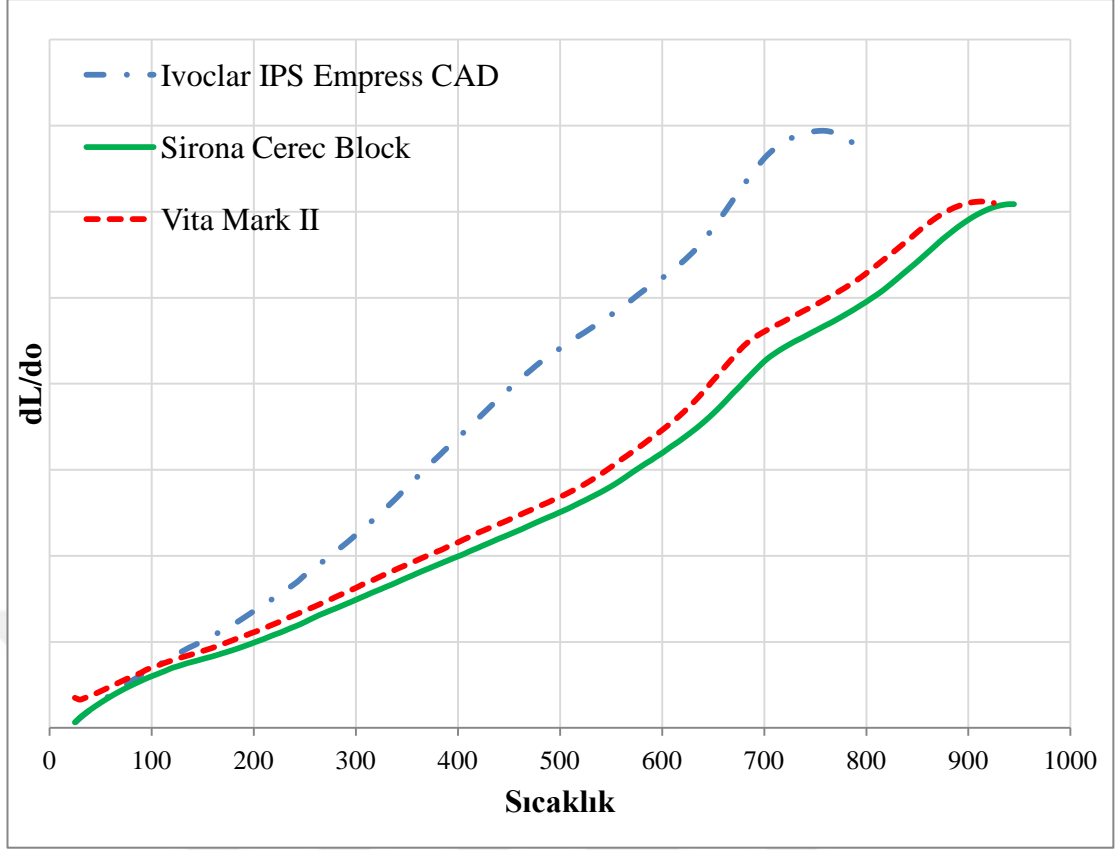


**Şekil 5.11.** B frit ile üretilen ve kristallenme sıcaklığında (850 °C) 15 dakika bekleme yapılan örneklerin XRD grafiği.

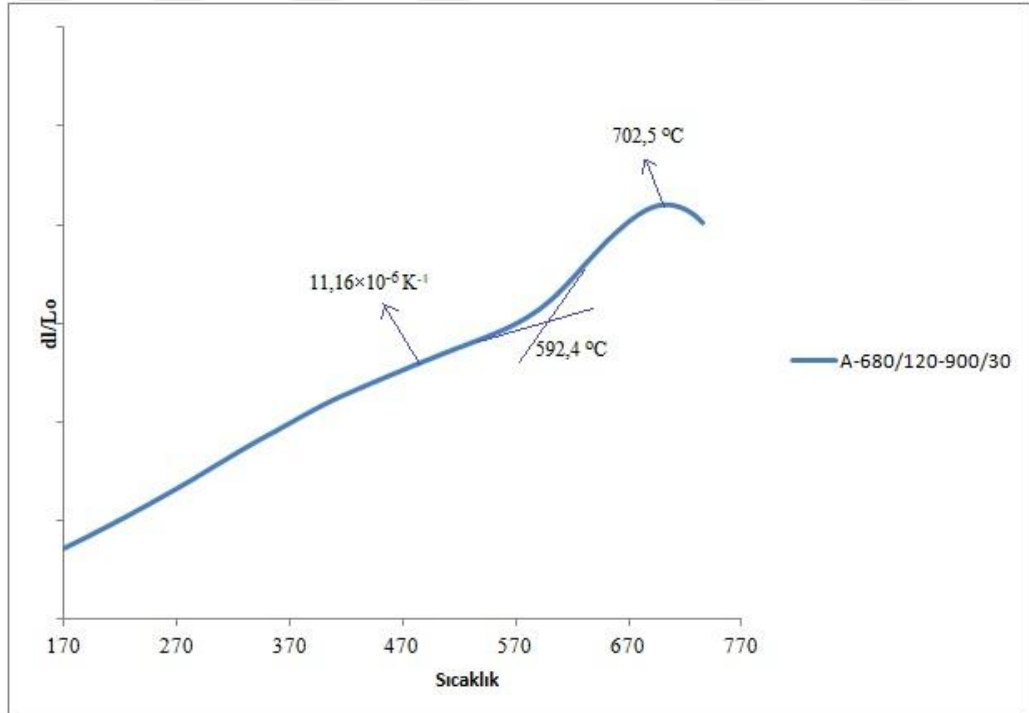
### 5.2.3. Dilatometrik Analizler

Ticari dental blokların dilatometrik testleri yapılarak doğrusal ısıl genişleme katsayısı (CTE) ve camsız geçiş sıcaklıkları ( $T_g$ ) belirlenmiştir. Şekil 5.12’de blokların dilatometrik eğrileri verilmektedir. Vita Mark II ve Sirona Cerec bloklarının CTE değerleri sırasıyla  $9.8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  ve  $10.3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  olarak ölçülürken, Ivoclar IPS Empress CAD bloğunun CTE değeri  $18.3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  olarak ölçülmüştür. Literatürde lösit kristalleri içeren cam-seramikleri için kristal miktarına bağlı olarak CTE değerinin  $14.9-18.3 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  aralığında değiştiği belirtilmektedir [7]. Bu sonuç, Ivoclar IPS Empress CAD örneği yüksek oranda (hacimce >%35-45) lösit kristalleri içerdiğini göstermektedir. Blokların yine aynı grafik üzerinden camsız geçiş sıcaklığı incelendiğinde hepsinin  $650 \text{ °C}$  civarında  $T_g$  değerlerinin olduğu gözlenmektedir.

A ve B frit tozlarından dilatometrik analizler için dikdörtgen çubuklar hazırlanmış ve bunlar Tablo 4.4, 4.5, 4.6 ve 4.7’de belirtilen ısıl işlemler ile pişirilmiştir. Pişmiş numuneler bölüm 4.2.2’de belirtilen ısıl şartlarda dilatometrik analizlere tabi tutulmuştur. Örnek bir dilatometrik analiz sonucu Şekil 5.13’te verilmektedir.



Şekil 5.12. Ticari dental cam-seramik blokların dilatometrik analizi.



Şekil 5.13. A Frit ile üretilen A-680/120-900/30 kodlu örneğin dilatometrik eğrisi.

Bu grafikten her numunenin ısı genleşme katsayısı (CTE), camlı geçiş sıcaklığı (T<sub>g</sub>) ve yumuşama sıcaklığı (T<sub>s</sub>) belirlenmiştir. Tablo 5.3'te A frit tozuna uygulanan farklı ısı işlem rejimleri sonrası üretilen çubukların dilatometrik analiz sonuçları (CTE, T<sub>g</sub> ve T<sub>s</sub>) verilmektedir. CTE değerleri 8-11×10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup> değerleri arasında değişmektedir.

**Tablo 5.3.** A frit ile üretilen cam-seramiklerin ısı genleşme katsayıları (CTE), camlı geçiş sıcaklıkları (T<sub>g</sub>) ve yumuşama noktaları (T<sub>s</sub>).

TN	KOD	Termal Genleşme Katsayısı (CTE, 10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> )	Camlı Geçiş Sıcaklığı (T <sub>g</sub> , °C)	Yumuşama Noktası (T <sub>s</sub> , °C)
1	A-600/60-970/0	8,93	546,7	678
2	A-680/60-970/0	10,4	591	699,6
3	A-700/60-970/0	10,0	596,5	689
4	A-725/60-970/0	9,7	579,4	712,2
5	A-750/60-970/0	8,38	572,4	734,4
6	A-680/60-900/0	9,21	601,1	707,8
7	A-680/120-900/0	9,28	605,2	698,5
8	A-680/180-900/0	9,37	608,0	688,0
9	A-680/120-850/15	9,54	598,0	706,2
10	A-680/120-850/30	10,19	593,1	705,7
11	A-680/120-900/0	9,17	605,0	698,5
12	A-680/120-900/5	9,64	600,3	703,0
13	A-680/120-900/15	10,50	591,5	700,6
14	A-680/120-900/30	11,16	592,4	702,5

Tablo 5.4'te A frit tozuna uygulanan farklı ısı işlemleri sonrası üretilen çubukların dilatometrik analiz sonuçları verilmiş ve CTE değerlerinin  $13-15 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  arasında değiştiği görülmüştür.

**Tablo 5.4.** B frit ile üretilen cam-seramiklerin ısı genleşme katsayıları (CTE), camsı geçiş sıcaklıkları (Tg) ve yumuşama noktaları (Ts).

TN	KOD	Termal Genleşme Katsayısı (CTE, $10^{-6} \text{ K}^{-1}$ )	Camsı Geçiş Sıcaklığı (Tg, °C)	Yumuşama Noktası (Ts, °C)
1	B-600/60-850/5	13,74	571,6	644,4
2	B-640/60-850/5	14,94	580,5	638,5
3	B-680/60-850/5	14,72	563,2	651,2
4	B-600/60-850/15	13,25	568,4	672,8
5	B-640/60-850/15	12,94	587,2	672,5
6	B-680/60-850/15	15,20	565,4	657,5

Tablolar incelendiğinde, B frit tozlarına uygulanan ısı işlemleri sonrası A frit tozlarına göre daha yüksek CTE değerleri ölçülmüştür. Yine Tg değerleri de daha yüksek ölçülmüştür. Bu durum, B frit içerisinde kullanılan çekirdekleştirici miktarının A frite göre fazla olmasının, B frite uygulanan ısı işlemleri sonrasında A frite uygulanan ısı işlemlere oranla daha kolay çekirdeklenme elde edilmesine yardımcı olduğunu göstermektedir. Yani B frit üretiminde kullanılan çekirdekleştirici ajanlar kristalizasyon ısı işlemleri esnasında çekirdek oluşumunu ve çekirdek büyümesini hızlandırmaktadır. Böylece ısı genleşme katsayısı daha düşük olan ( $8.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) camsı faz içerisinde ısı genleşme katsayısı daha yüksek olan ( $18 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) olan lösit kristalinin oluşması cam-seramik yapının ısı genleşme katsayısını yükseltmektedir.



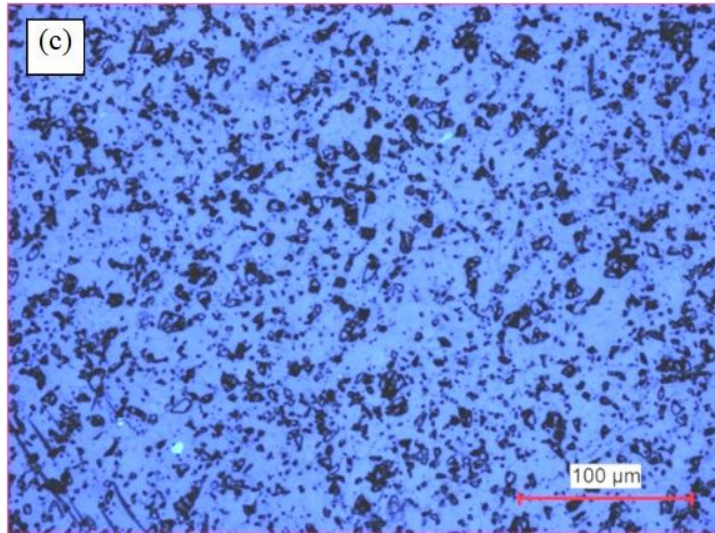
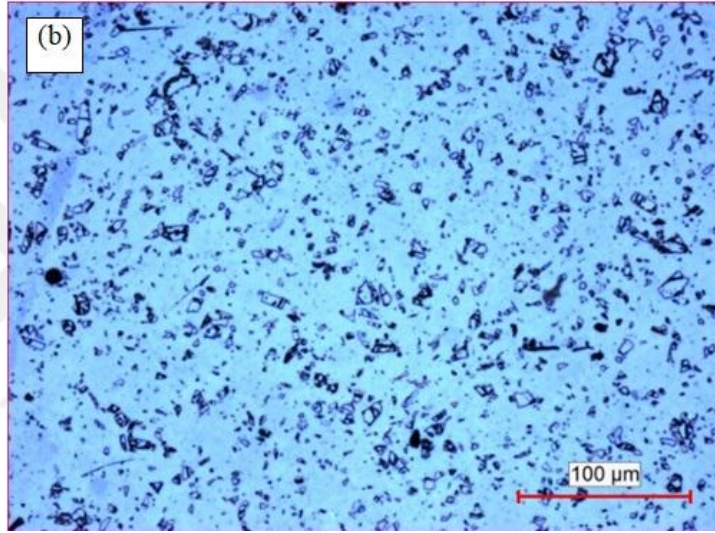
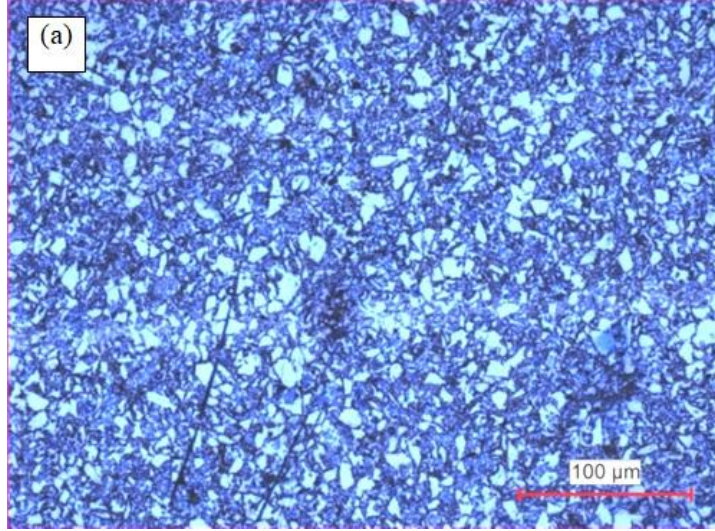
#### 5.2.4. Mikroyapısal Analizler

Bölüm 4.3’de belirtilen zımparalama işlemleri sonrasında 9 ve 1  $\mu\text{m}$ ’da parlatma işlemleri yapılmıştır. Daha sonra numunelere %3’lük HF çözeltisi ile dağlama işlemi yapılmıştır. Metalografik işlemler sonrası numuneler optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) altında incelenmiştir.

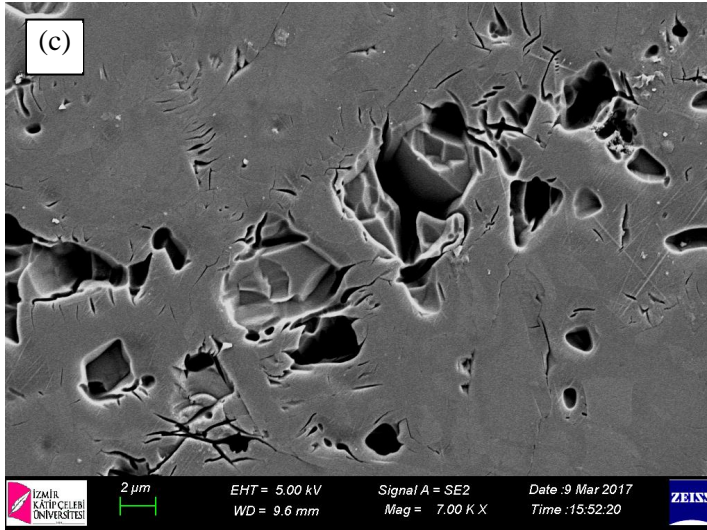
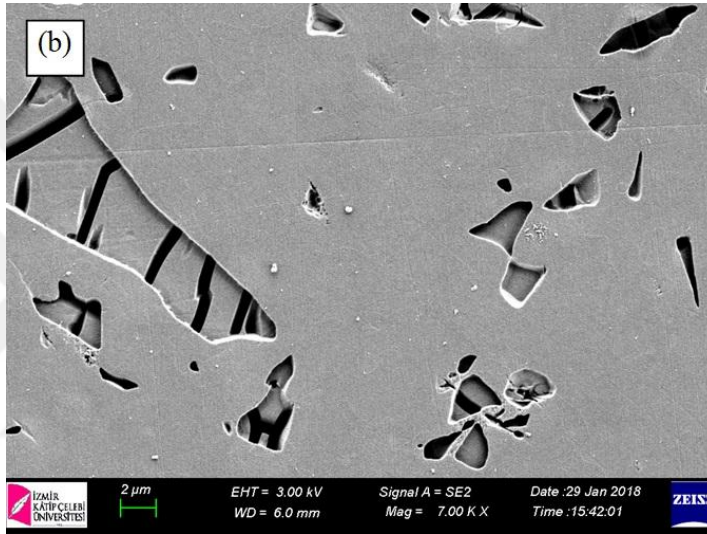
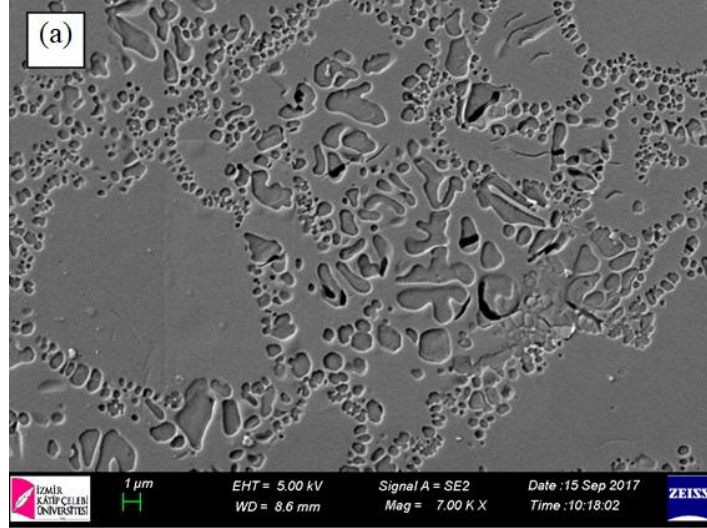
Şekil 5.14’te ticari blokların optik mikroskop görüntüleri verilmektedir. Camsı matris fazı içerisinde homojen olarak dağılmış ve ince kristal fazlar dağlama sonrası ortaya çıkmıştır. Ivoclar IPS Empress CAD ürününde kristal faz oranının diğer ticari ürünlere göre daha fazla olduğu gözlenmektedir.

Dental blokların kristal faz yapısı ve morfolojisi yüksek büyütmelemlerde elektron mikroskobu altında ikincil elektron detektörü yardımıyla incelenmiştir. Şekil 5.15’te blokların SEM görüntüleri verilmektedir. Ivoclar IPS Empress CAD bloklarının kristallerinin bünye içinde homojen olarak dağıldığı, dairemsi (yuvarlak) şekilli ve oldukça küçük taneli (<1-5  $\mu\text{m}$ ) oldukları görülmektedir. Buna karşılık, Vita Mark II ve Sirona Cerec Blocs dental ürünlerinin keskin köşeli kristal taneler içerdiği ve ortalama tane boyutlarının (>5  $\mu\text{m}$ ) daha büyük olduğu gözlenmiştir. Bunun yanında Vita Mark II örneğinde aşırı büyümüş kristal tanelerin (<15  $\mu\text{m}$ ) de bulunduğu görülmektedir. Ivoclar IPS Empress CAD örneğinin yüksek büyütmedeki mikroyapı görüntüsünde lösit kristalleri ayrıntılı olarak görülmekte ve kristaller üzerindeki ikizlenmeler gözlenmektedir (Şekil 5.16).

Literatürde, mikroyapı incelemelerinde lösit kristalleri üzerinde ikizlenmelerin gözlenmesinin lösit fazının tetragonal kristal yapısında olduğu, kübik kristal yapısında ise ikizlenmelerin gözlenmediği belirtilmiştir [6]. Yüksek sıcaklık kararlı fazı kübik lösit kristal yapısından tetragonal yapısına dönüşüm sırasında birim hücrenin hacimsel küçülmesine bağlı makroskopik gerinimleri azaltmak için yapıda ikizlenmeler oluşur [30].

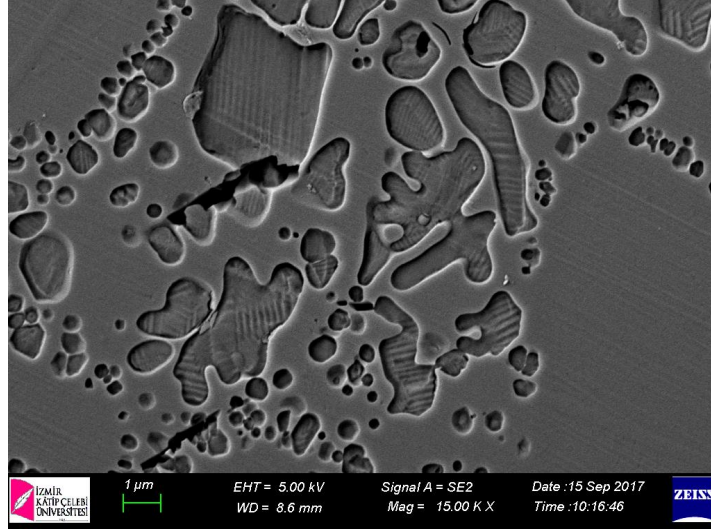


**Şekil 5.14.** Dental cam-seramiklerin optik mikroskop görüntüleri: a) Ivoclar IPS Empress CAD b) Vita Mark II, c) Sirona Cerec Blocs.



**Şekil 5.15.** Dental cam-seramiklerin SEM görüntüleri: a) Ivoclar IPS Empress CAD  
b) Vita Mark II, c) Sirona Cerec Blocs



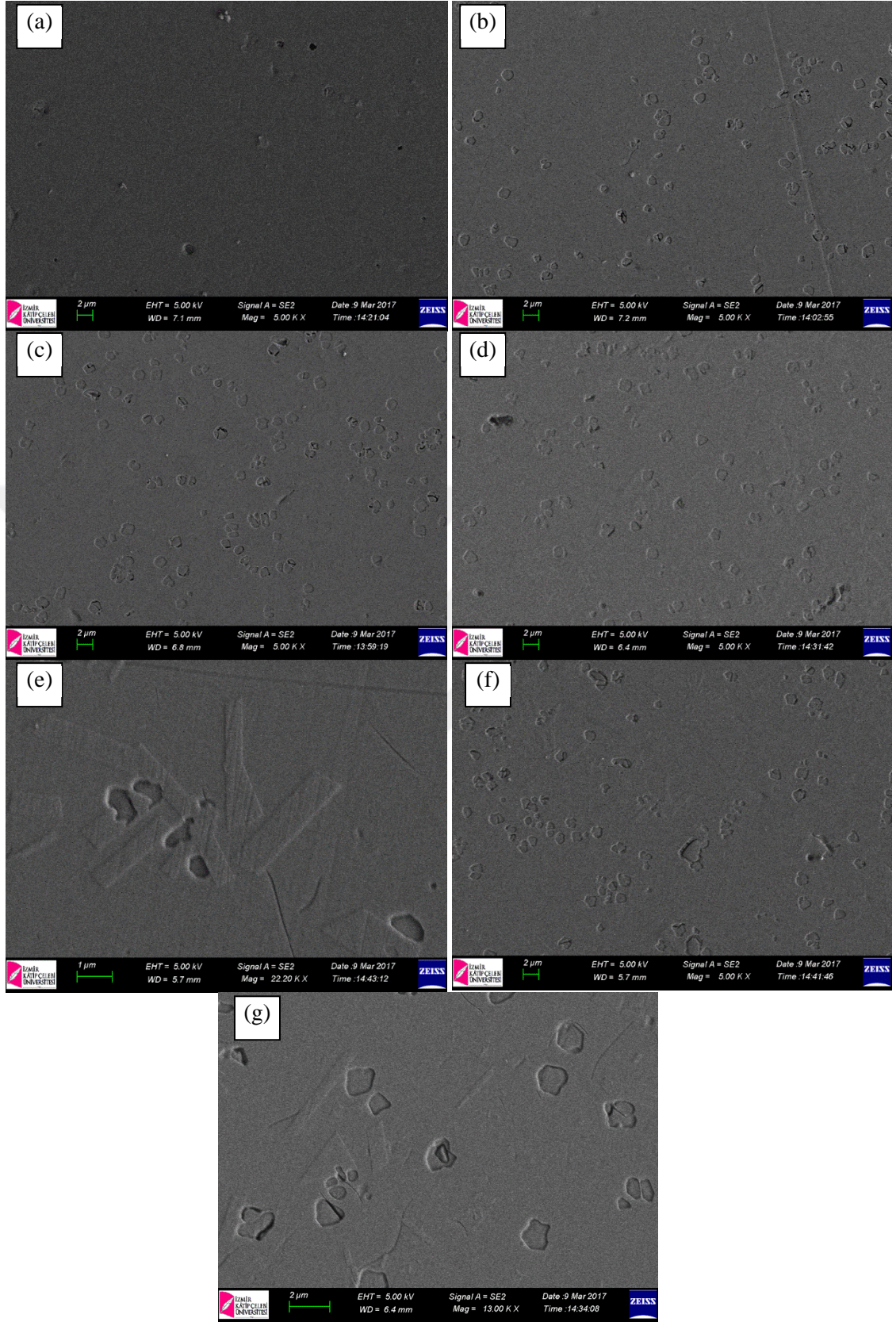


**Şekil 5.16.** Ivoclar IPS Empress CAD ticari numunenin mikroyapısında bulunan lüsit kristalleri.

A frit ile üretilen ve bölüm 4.2.4'teki ısı işlemlere tabii tutulan cam-seramiklerin yüksek büyütmelede elektron mikroskobu altında ikincil elektron detektörü ve optik mikroskop yardımıyla incelenen kristal faz yapısı ve morfolojisi incelenmiştir.

Görüntüler genel olarak incelendiğinde ticari dental cam-seramik bloklardan Ivoclar IPS Empress CAD bloğun SEM görüntülerinde rastlanan, bünye içinde homojen olarak dağılmış, dairesi (yuvarlak) şekle sahip ve oldukça küçük taneli (<1-5 µm) lüsit kristalleri içerdiği görülmektedir.

Şekil 5.17'de A friti kullanılarak, çekirdeklenme sıcaklığının belirlenmesi için yapılan ısı işlem çalışmaları sonucu elde edilen cam-seramiklerin SEM ve Optik mikroskop görüntüleri yer almaktadır. A-600/60-970/0 cam-seramiğin görüntüleri incelendiğinde herhangi bir kristale rastlanmamıştır. Bu da 600°C'nin çekirdeklenme sıcaklığı için yeterli bir sıcaklık olmadığını göstermektedir. A-680/60-970/0 ve A-700/60-970/0 kodlu cam-seramiklerde dairesel şekilli, küçük taneli (~2 µm) kristaller mevcuttur. A-725/60-970/0 ve A-750/60-970/0 kodlu örneklerde ise amorf faz üzerinde dairesel şekilli, küçük taneli (~2µm) kristallerin yanı sıra düzgün geometrik şekilli ortalama tane boyutlu (~5µm) kristallerin yer aldığı görülmektedir. A-725/60-970/0 ve A-750/60-970/0 kodlu cam-seramiklerin XRD analizlerinin sonuçları da incelendiğinde bu yapıların sanidin kristalleri olduğu düşünülmektedir.

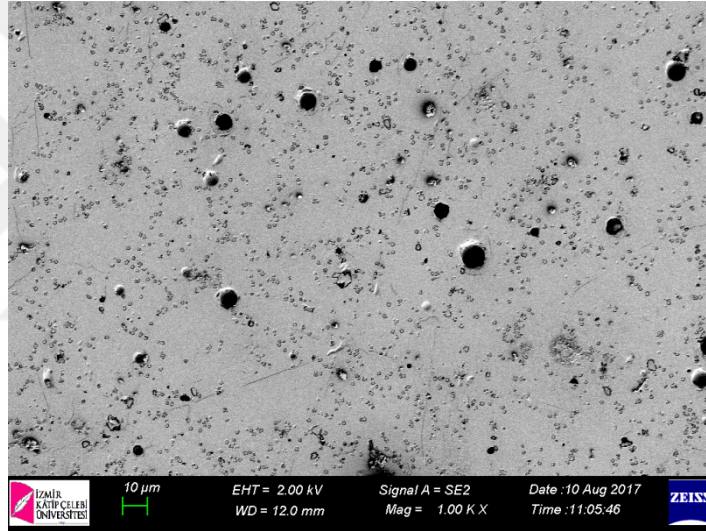


**Şekil 5.17.** a) A-600/60-970/0 b) A-680/60-970/0 c) A-700/60-970/0 d) A-725/60-970/0 e) A-725/60-970/0 kodlu örneğin 22000X büyütmede ve f) A-750/60-970/0 kodlu örneğin 5000X büyütmede SEM görüntüleri ile g) A-750/60-970/0 kodlu örneğin 13000X büyütmedeki SEM görüntüsü.



Ayrıca A friti ile üretilen ve vakumsuz ortamda sinterleme yapılan A-680/60X-970/0X kodlu cam-seramiğin 1000X büyütmedeki SEM görüntüsü Şekil 5.18'de verilmiştir. Vakumsuz ortamda üretilen örnekte  $\sim 8 \mu\text{m}$  büyüklüğünde hava boşlukları görülmektedir.

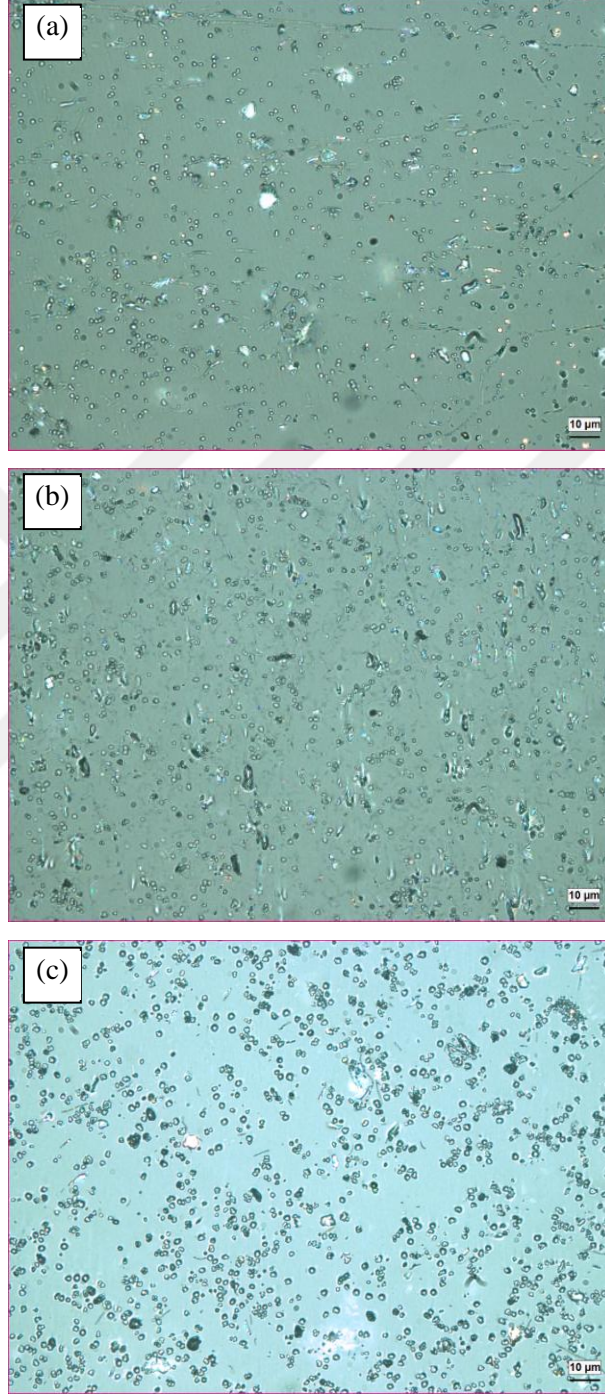
A friti kullanılarak, çekirdeklenme süresinin belirlenmesi için yapılan ısı işlem çalışmaları sonucu elde edilen cam-seramiklerin Optik mikroskop görüntüleri Şekil 5.19'da yer almaktadır. A-680/60-900/0, A-680/120-900/0, A-680/180-900/0 cam-seramiğin görüntüleri incelendiğinde tüm cam-seramiklerde dairesel şekilli, küçük taneli ( $\sim 2 \mu\text{m}$ ) kristaller mevcuttur. Çekirdeklenme sıcaklığında 60 dk bekleme yapılan cam-seramiklerin kristallerinin 120 dk ve 180 bekleme yapılarına göre daha az olduğu optik mikroskop görüntülerinden tespit edilmektedir.



**Şekil 5.18.** A-680/60X-970/0X kodlu örneğin 1000X büyütmede SEM görüntüsü.

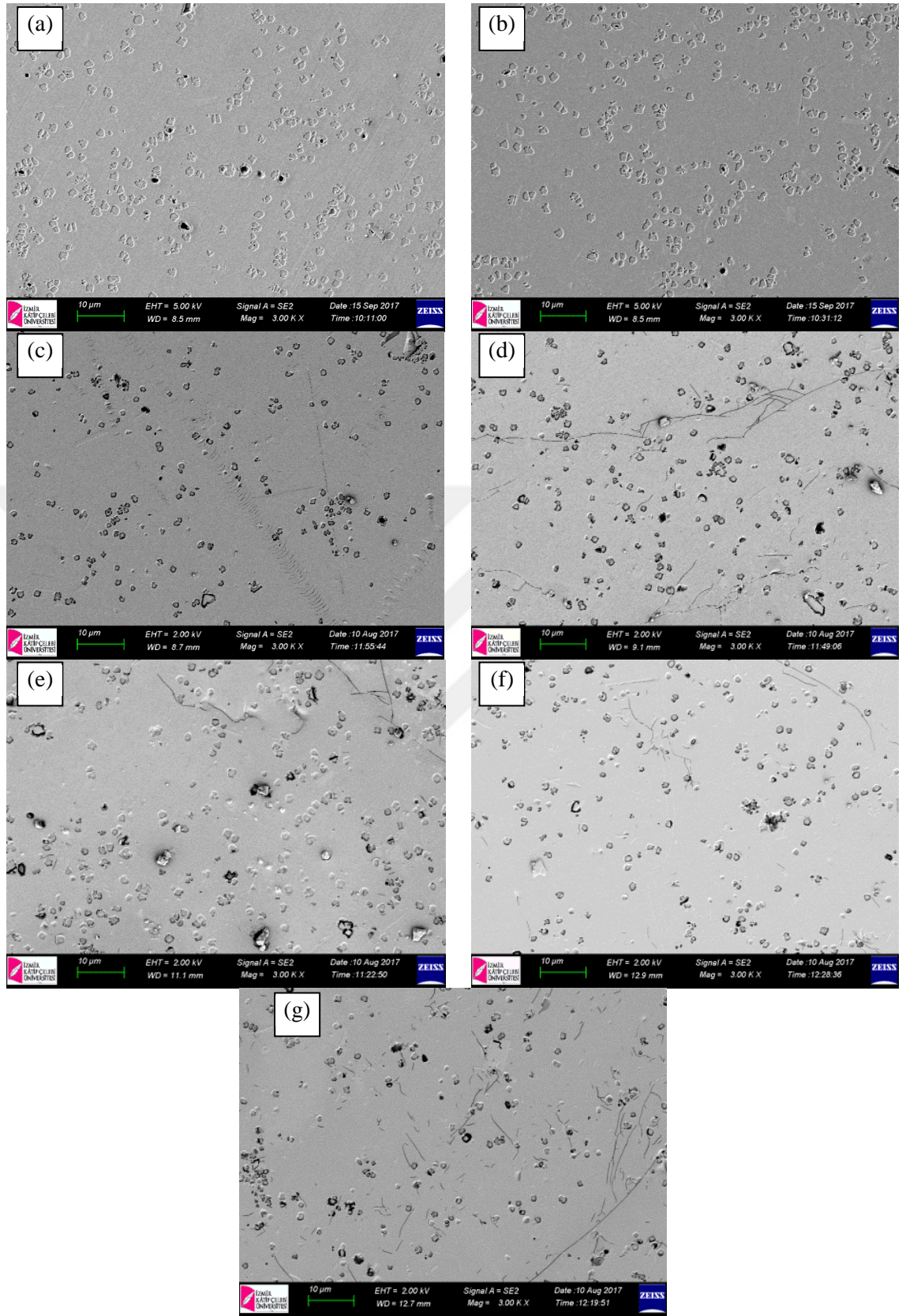
Kristallenme sıcaklığı ve bekleme süresini belirlemek için yapılan ısı işlem çalışması sonucunda üretilen cam-seramiklerin 3000X büyütmedeki SEM görüntüleri Şekil 5.20'de verilmiştir. Görüntüler incelendiğinde tüm örneklerde dairesel şekilli, küçük taneli ( $\sim 2 \mu\text{m}$ ) kristaller görülmektedir. A-680/120-850/15 ve A-680/120-850/30 kodlu örneklerde mikro çatlaklara pek rastlanmazken A-680/120-900/0, A-680/120-900/15, A-680/120-900/30 ve özellikle A-680/120-950/0, A-680/120-900/5 kodlu örneklerde kristal camsı faz ısıl genleşme farkından kaynaklandığı düşünülen çatlaklara rastlanmıştır.

B friti kullanılarak, çekirdeklenme sıcaklığı ile kristal büyümesi için bekleme süresini belirlemek için yapılan ısıtım işlem çalışmaları sonucu elde edilen cam-seramiklerin SEM görüntüleri Şekil 5.21’de yer almaktadır.



**Şekil 5.19.** a) A-680/60-900/0 ile b) A-680/120-900/0 c) A-680/180-900/0 Optik Mikroskop görüntüleri.

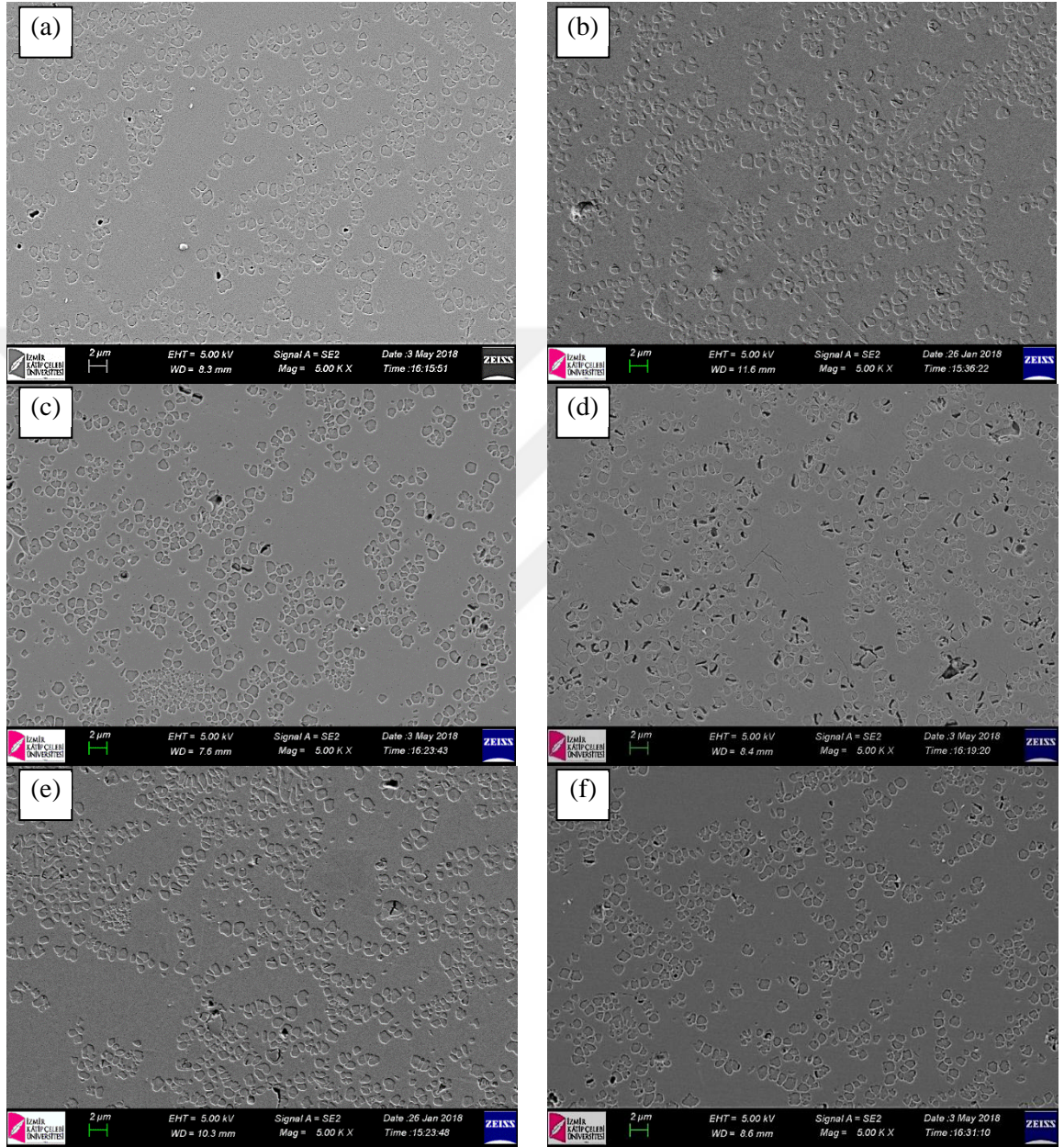




**Şekil 5.20.** Farklı ısıl işlemler uygulanmış A frit SEM görüntüleri a) A-680/120-850/15 b) A-680/120-850/30 c) A-680/120-900/0 d) A-680/120-900/5 e) A-680/120-900/15 f) A-680/120-900/30 g) A-680/120-950/0.



Görüntüler genel olarak incelendiğinde ticari dental cam-seramik bloklardan Ivoclar IPS Empress CAD bloğun SEM görüntülerinde rastlanan, bünye içinde homojen olarak dağılmış, dairemsi (yuvarlak) şekle sahip ve oldukça küçük taneli ( $<1-5 \mu\text{m}$ ) lüsit kristalleri içerdiği görülmektedir.

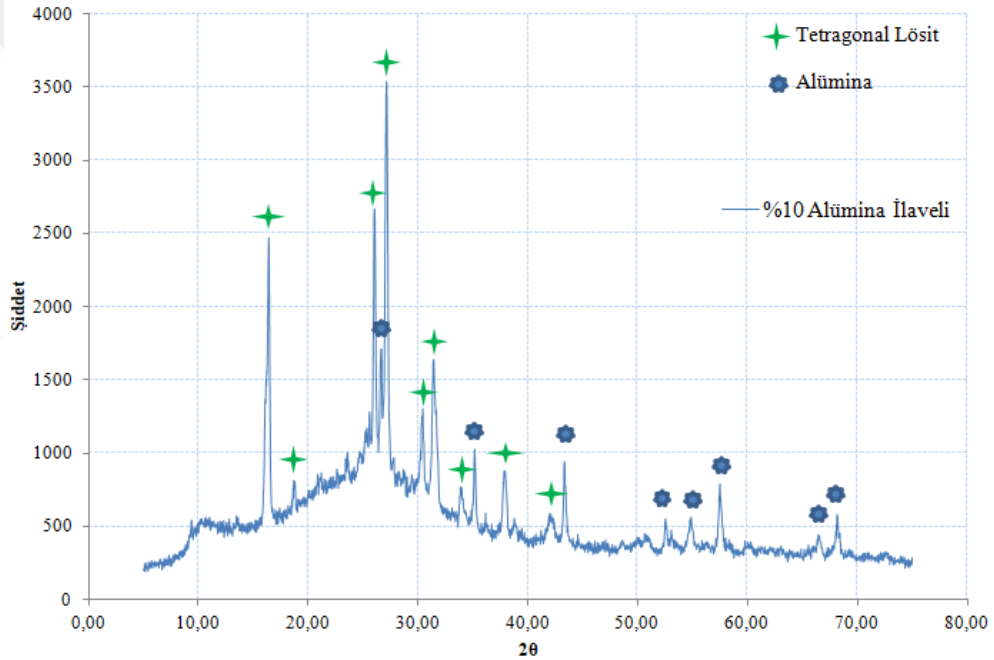


**Şekil 5.21.** Farklı ısıl işlemler uygulanmış B frit SEM görüntüleri a) B-600/60-850/10 b) B-640/60-850/5 c) B-680/60-850/5 d) B-600/60-850/15 e) B-640/60-850/15 f) B-680/60-850/15.

### Ağırlıkça Lösit Fazı İçeriğinin Hesaplanması

XRD pik şiddetleri yardımıyla lösit içeriğini hesaplamak için A-680/120-850/30 kodlu örnek toz haline getirilmiştir. %10 ve %20 oranında alümina ile karıştırılan cam-seramik tozuna XRD analizi yapılmıştır. Şekil 5.22 ve Şekil 5.23'te XRD grafikleri yer almaktadır. Analiz sonuçlarına göre, iki analizde de camsı fazın yanı sıra tetragonal lösit [ $\text{KAlSi}_2\text{O}_6$ ] kristal fazı (JCPDS No: 00-038-1423) ile alümina [ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ] fazının (JCPDS No: 00-011-0661) patternleri görülmüştür.

%10 Alümina içeren karışımda alümina fazının 100'lük piki 35,13 derecede yer alırken lösit kristal fazının 100'lük piki 27,08 derecede yer almaktadır. %20 alümina içeren karışımın XRD grafiğinde alümina fazının 100'lük piki 35,16 derecede yer alırken lösit kristal fazının 100'lük piki 27,08 derecede yer almaktadır



**Şekil 5.22.** %10 alümina içeren A-680/120-850/30 kodlu örneğin XRD grafiği.

- %10'luk alümina içeren karışımda alüminanın 100'lük pik şiddeti 1080, amorf pik şiddeti 510 olarak belirlenmiştir.

1080 – 510 = 508 şiddet alüminanın 100'lük piki.

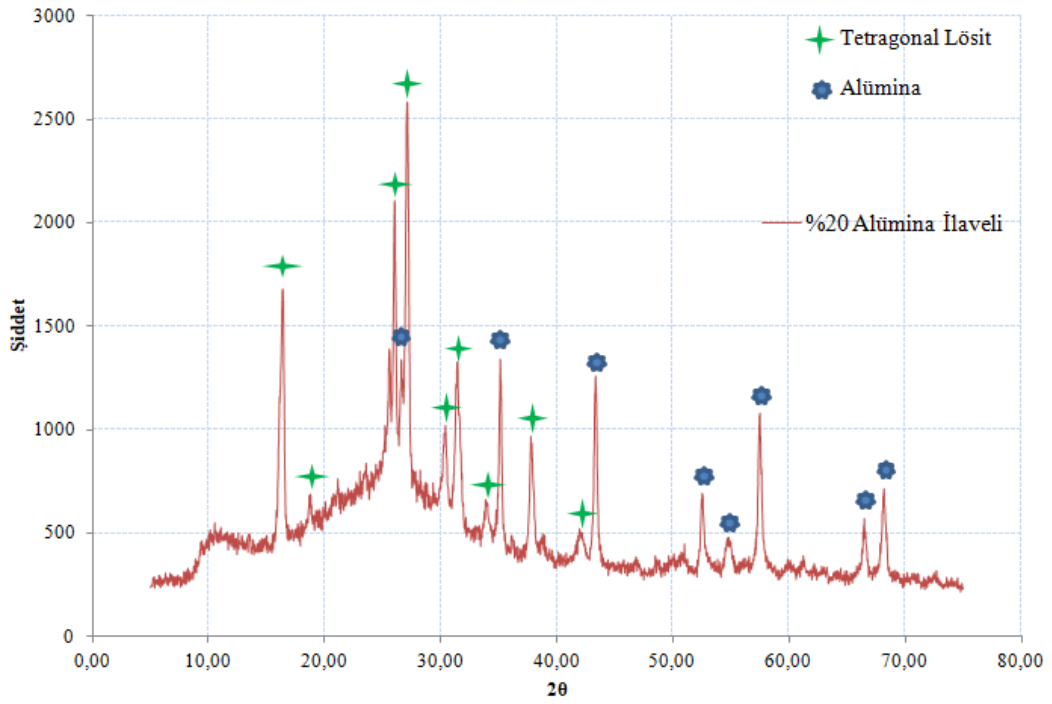
- Lösit kristalinin 100'lük pik şiddeti 3500, amorf pik şiddeti 812 olarak belirlenmiştir.

3500 – 812 = 2688 lösitin 100'lük pik şiddeti.

1 gram alüminanın pik şiddeti 508 ise pik şiddeti 2688 kaç lösit gramdadır;

$$\frac{2688}{508} = 5,3 \text{ gram lösit içermektedir.}$$

Alümina içeriği 10 gram, lösit içeriği 90 gram olduğu için 90 gram'da ağırlıkça %58,8 lösit içerdiği tespit edilmiştir.



Şekil 5.23. %20 alümina içeren A-680/120-850/30 kodlu örneğin XRD grafiği.

- %20'lük alümina içeren karışımda alüminanın 100'lük pik şiddeti 1318, amorf pik şiddeti 440 olarak belirlenmiştir.

1318 – 440 = 878 alüminanın 100'lük pik şiddeti.

- Lössit kristalinin 100'lük pik şiddeti 2569, amorf pik şiddeti 704 olarak belirlenmiştir.

2569 – 704 = 1865 lösitin 100'lük pik şiddeti.

2 gram alüminanın pik şiddeti 508 ise pik şiddeti 2688 kaç gram lösit içerir.

$$\frac{1865 * 2}{878} = 4,25 \text{ gram lösit içermektedir.}$$

Alümina içeriği 20 gram, lösit içeriği 80 gram olduğu için 80 gram'da ağırlıkça %53,12 lösit içerdiği tespit edilmiştir.

Bu sonuçlara göre cam-seamik yapısında ortalama (53,12 ve 58,8) %55 kristal faz mevcuttur.

### **5.2.5. Mekanik Testleri**

Bu bölümde üretilen cam-seramiklere eğme dayanımını belirlemek için dental uygulamalarda tercih edilen biaksiyel eğme testinin yanı sıra vickers sertlik testleri yapılmış ve iz kırığı tokluğu hesaplanmıştır.

#### **5.2.5.1. Biaksiyel Eğme Test Sonuçları**

20 mm'lik kalıpta tek eksenli kuru presleme yöntemi ile A ve B frit ile örnekler bölüm 4.2.4'te belirtilen ısı işlemlerden seçilerek üretilmiştir. ISO 6872 Dış Hekimliği-Seramik Malzemeler standardında da belirtildiği boyutlarda elde edilmiştir.

- A frit ile üretilen cam-seramiklerin test sonuçları Tablo 5.5'te verilmiştir. Sonuçlar 116-121 MPa aralığındadır
- B frit ile üretilen cam-seramiklerin test sonuçları Tablo 5.6'da verilmiştir. Sonuçlar 176-160 MPa olarak belirlenmiştir.

**Tablo 5.5.** A frit ile üretilen cam-seramiklerin biaksiyel eğme dayanımları.

<b>KOD</b>	<b>Biaksiyel Eğme Dayanımı (MPa)</b>	<b>Ortalama</b>	<b>Standart Sapma</b>
<b>A-680/120-900/0</b>	128,80	121,5	16,8
	111,33		
	138,89		
	97,53		
	131,19		
<b>A-680/120/900/15</b>	135,91	118,3	32,5
	109,63		
	162,76		
	77,09		
	105,88		
<b>A-680/120/900/30</b>	129,86	116,2	13,6
	122,69		
	93,70		
	118,97		
	115,96		

Bu sonuçlara göre A frit ile elde edilen cam-seramiklerin biaksiyel eğme dayanımı B frit ile elde edilenlere göre daha düşüktür. Bunun sebebi B frit ile üretilen cam-seramiklerin daha ince taneli, daha fazla ve daha homojen lösit kristalleri içermesidir. Ayrıca B frit ile üretilen cam-seramiklerin mikroyapıları incelendiğinde A frit ile üretilen cam-seramiklerin mikroyapılarında yer alan mikro çatlaklara daha az rastlanmıştır. Bunun da biaksiyel eğme dayanımını arttırdığı düşünülmektedir.

**Tablo 5.6.** B frit ile üretilen cam-seramiklerin biaksiyel eğme dayanımları.

<b>KOD</b>	<b>Biaksiyel Eğme Dayanımı (MPa)</b>	<b>Ortalama</b>	<b>Standart Sapma</b>
<b>B-680/60-850/5</b>	217,20	176,9	24,8
	162,71		
	178,01		
	174,47		
	152,00		
<b>B-680/60-850/15</b>	148,52	160,2	18,0
	183,42		
	174,07		
	154,60		
	128,80		

### 5.2.5.2. Vickers Sertlik Test Sonuçları

A ve B friti kullanılarak bölüm 4.2.4'te belirtilen ısıtma işlemlerinden seçilerek üretilen örnekler hassas kesme cihazı ile kesilmiş, metalografik işlemler sonrasında vickers sertlik testi yapılmıştır.

Tablo 5.7'de A frit ile üretilen cam-seramiklere yapılan vicker sertlik testi sonuçları verilmiştir. Test sonuçları incelendiğinde 713-803 MPa aralığında sonuçlar elde edilmiştir.

**Tablo 5.7.** A frit ile üretilen cam-seramiklerin vickers sertlik testi sonuçları.

KOD	HV 0,5					Ortalama	std sapma
	1	2	3	4	5		
A-680/120-850/30	718	761	755	840	767	768	40
A-680/60-900/0	808	796	827	784	802	803	14
A-680/120-900/0	761	778	772	790	790	778	11
A-680/120-900/15	708	703	713	718	723	713	7
A-680/120-900/30	894	796	784	688	772	787	66

Tablo 5.8'de ise B frit ile üretilen cam-seramiklere yapılan vicker sertlik testi sonuçları verilmiştir. Test sonuçları incelendiğinde 637-782 MPa aralığında sonuçlar elde edilmiştir.

**Tablo 5.8.** B frit ile üretilen cam-seramiklerin vickers sertlik testi sonuçları.

KOD	HV 0,5					Ortalama	std sapma
	1	2	3	4	5		
B-600/60-850/5	840	761	772	739	796	782	34
B-640/60-850/5	698	656	578	601	651	637	43
B-680/60-850/5	723	688	784	772	767	747	36
B-600/60-850/15	761	767	778	750	778	767	11
B-640/60-850/15	669	665	728	703	723	698	26
B-680/60-850/15	718	739	713	767	767	741	23

### 5.2.5.3. Ultrason Ses Dalgası Tekniği ile Elastisite Modülü ve Poisson Oranı Sonuçları

Ultrason ses dalgası tekniği ile elastisite modülü değerinin hesaplanması için formül 4.10 kullanılarak poisson oranı belirlenmiştir.

Poisson oranı;

$$\nu = \frac{\left[1 - 2\left(\frac{3189}{5530,2}\right)^2\right]}{2\left[1 - \left(\frac{3189}{5530,2}\right)^2\right]} = 0,251$$

Formül 4.11'e göre elastisite modülü hesaplanmıştır.

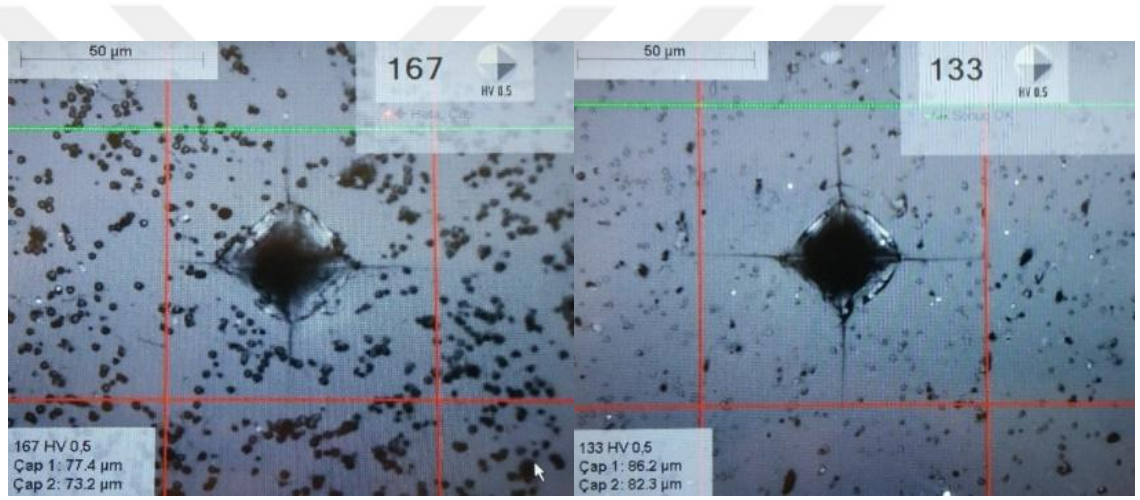
$$E = \frac{\left[\frac{2,316 \times 5530,2^2 \times (3 \times 3189^2 - 4 \times 5530,2^2)}{3189^2 - 5530,2^2}\right]}{1 - 0,251} = 58,9 \text{ GPa}$$



Elastisite modülü sonuçları değerlendirildiğinde Mark II bloğun da elastisite modülü değeri [31], IPS Empress CAD bloğun da elastisite modülü değeri ~62 GPa'dır [32]. Bu değerlere bakılarak cam-seramik blok örneklerin elastisite modülü değeri dental uygulamalar için uygundur.

#### 5.2.5.4. İz Kırığı Tokluğu Sonuçları

A ve B friti kullanılarak bölüm 4.2.4'te belirtilen ısıl işlemlerden seçilerek üretilen örneklere vickers sertlik testi esnasında çatlak oluşturulmuştur. Test esnasında vickers sertlik testi ucu ile numuneler üzerine bırakılan örnek izler Şekil 5.24'te görülmektedir.



**Şekil 5.24.** HV0,5 yük uygulanarak oluşturulmuş örnek için vickers iz ile palmqvist çatlak görüntüleri.

A frit ile üretilen beş cam-seramik numuneye HV0,5 yükü beşer adet sertlik testi yapılmıştır. Oluşturulan iz köşelerinden çatlak oluşmasını sağlayacak yüklerle yapılan deneyde çatlak boyları belirlenmiş, denklem 4.8'le hesaplanan iz kırığı tokluğu sonuçları Tablo 5.9'da verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde 1,07 ile 1,49 MPa\*m<sup>1/2</sup> aralığında değiştiği görülmektedir.

**Tablo 5.9.** A frit ile üretilen cam-seramiklerin iz kırığı tokluğu sonuçları.

KOD	$K_{IC}$ (MPa*m <sup>1/2</sup> )	Standart Sapma
A-680/120-850/30	0,94	0,09
A-680/60-900/0	0,83	0,04
A-680/120-900/0	1,04	0,07
A-680/120-900/15	1,11	0,08
A-680/120-900/30	0,99	0,21

Tablo 5.10'da ise B frit ile üretilen cam-seramiklerin iz kırığı tokluğu sonuçları verilmiştir. Sonuçlar incelendiğin 1,07 ile 1,49 MPa×m<sup>1/2</sup> aralığında değişmektedir.

A ve B frit ile üretilen cam-seramiklerin kırılma tokluğu değerleri karşılaştırıldığında B frit ile üretilen cam-seramiklerin değerlerinin A frite göre yüksek olduğu görülmektedir. Bunun sebebi daha homojen dağılmış ve daha yoğun kristal içerikli olan B frit ile üretilen cam-seramiklerde test esnasında oluşturulan izlerin kristal üzerine gelme olasılığı daha yüksektir. Ayrıca daha az çatlak içeren B frit ile üretilen cam seramik yapının iz kırığı tokluğunun yüksek olması da beklenmektedir.

**Tablo 5.10.** B frit ile üretilen cam-seramiklerin iz kırığı tokluğu sonuçları.

KOD	$K_{IC}$ (MPa×m <sup>1/2</sup> )	Standart Sapma
B-600/60-850/5	1,34	0,12
B-640/60-850/5	1,28	0,09
B-680/60-850/5	1,30	0,58
B-600/60-850/15	1,38	0,18
B-640/60-850/15	1,34	0,06
B-680/60-850/15	1,26	0,19

### 5.2.5.5. İşlenebilirlik Test Sonuçları

Üretilen cam-seramik blokların işlenebilirlik testlerine başlanmıştır. Şekil 5.25'te farklı diş modellerinde (santral, inley, onley, azı diş) işlenen A frit ve B frit ile üretilen cam-seramik blok örnekleri yer almaktadır. Cam-seramiklerin tamamı istenen modelde işlenmiştir.



Şekil 5.25. A frit ve B frit ile işlenmiş santral ve azı diş görüntüleri.

## 6. SONUÇLAR

Bu çalışmada lösit esaslı cam-seramiklerin üretimi ve karakterizasyonu hedeflenmiştir ve bu hedef doğrultusunda iki adet frit kompozisyonu belirlenmiştir. Bu kapsamda temin edilen frit hammaddelerinden kompozisyonun neredeyse %50'sini oluşturan K-Feldspat hammaddesinin kimyasal içeriğinin belirlenmesi için XRF analizi, faz içeriğinin belirlenmesi için x-ışını kırınım analizi (XRD) ve tane boyutu analizi yapılmıştır. Bu analizler sonucunda K-feldspat hammaddesinin dental sektörde kullanmak için elementel ve faz içeriğinin uygun olduğu belirlenmiştir. Ayrıca frit kompozisyonunda kullanılması için uygulanan kırma, öğütme, eleme gibi işlemler sonucunda elde edilen ortalama tane boyutu 20 mikronun altında ölçülen ince taneli K-feldspat hammaddesinin tane boyutunun, cam-seramik üretimi için uygunluğu kontrol edilmiştir.

Karakterize edilen hamaddeler ile frit kompozisyonları belirlenmiş ve frit üretimleri gerçekleştirilmiştir. Üretilen fritler A ve B frit olarak isimlendirilmiş ve bu fritler termal analizler, faz analizi, morfolojik görüntüleme ve tane boyutu analizleri gerçekleştirilerek karakterize edilmiştir. Dilatometrik analizleri sonucunda başlangıç ısı genleşme katsayıları (CTE) ve camsı geçiş sıcaklıkları belirlenmiştir. Literatürden edinilen bilgiler doğrultusunda her iki fritin de ısı genleşme katsayıları ( $9,6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ,  $8,87 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) camın ısı genleşme katsayısı ile yakındır. Böylece fritlerin başlangıçta amorf oldukları düşünülmektedir. Bu durumu teyit etmek için x-ışını kırınım analizleri gerçekleştirilmiş ve amorf yapılı malzemelerde olduğu gibi herhangi bir pik içermeyen kambur bir grafik elde edilmiştir. Fritlere XRF analizi yapılarak frit reçeteleri ile kıyaslanmış ve yanma sırasında oluşan bozunmalar ile azalan  $\text{SiO}_2$  ile kullanılan hazır fritlerin sebep olduğu düşünülen  $\text{Al}_2\text{O}_3$  miktarındaki artma dışında büyük değişimler gözlenmemiştir. Fritlerin morfolojik olarak incelenmesi için elektron mikroskobu altında tane şekilleri ve boyutları incelenmiş ayrıca tane boyut analizleri gerçekleştirilmiştir. Son olarak üretilen fritlerin çekirdeklenme ve kristallenme sıcaklıklarının belirlenmesi için DSC analizleri gerçekleştirilmiş ve ısı işlem rejimlerinin belirlenmesi aşamasında bu analiz sonuçları dikkate alınmıştır.

Isıl işlem rejimleri belirlenen fritler şekillendirilme işlemi sonrasında bu ısıl işlemlere uygun olarak sinterlenmiş ve cam-seramikler üretilmiştir. Üretilen bu cam-seramiklerin ise termal, mikroyapısal ve mekanik özellikleri ile faz içerikleri incelenmiştir. Ayrıca ülkemizde yaygın olarak kullanılan Mark II, Cerec Blocks ve IPS Empress CAD ticari cam-seramik bloklar temin edilmiş üretilen cam-seramikler ile birlikte karakterize edilmiştir. XRD analiz sonuçları incelendiğinde üretilen cam-seramikler faz içeriği olarak lösit esaslı IPS Empress CAD ticari bloğuna oldukça yakındır. Çekirdekleştirici oranı arttırılan B frit ile üretilen cam-seramiklerin mikroyapısal görüntüleri ile dilatometrik sonuçları (CTE, A frit için ortalama  $9,67 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ , B friti için ise ortalama  $14,13 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) bu cam-seramiklerin daha fazla lösit kristali içerdiğini göstermiştir.

Mekanik özelliklerinin belirlenmesi için biaksiyal eğme testi, vickers sertlik testi, iz kırığı tokluğu testleri yapılmış ve ultrasonik ses dalgası tekniği ile de elastisite modülü ile poisson oranı belirlenmiştir. Biaksiyel eğme test sonuçları incelendiğinde A frit ile üretilen cam-seramikler yaklaşık 120 MPa dayanıma sahipken B frit ile üretilen cam-seramiklerin eğme dayanımı 170 MPa'dır. Sertlik sonuçları ise A frit ile üretilen cam-seramiklerin 500 g yük altında vicker sertlikleri yaklaşık 770, B frit ile üretilen cam-seramiklerin 730 olarak ölçülmüştür. Üretilen cam-seramiklerin ses dalgası metodu ile belirlenen poisson oranı 0,251, elastisite modülü ise 58,9 GPa olarak belirlenmiştir. Bu değerler kullanılarak hesaplanan iz kırığı tokluğu ise A friti ile üretilen cam-seramikler için yaklaşık  $1 \text{ MPa} \times \text{m}^{1/2}$ , B friti ile üretilen cam-seramikler için  $1,3 \text{ MPa} \times \text{m}^{1/2}$  olarak hesaplanmıştır. Ayrıca tüm örneklerin işlenebilirlik testleri yapılmış ve istenen modelde işlenebilirlik sağlanmıştır.

Tüm bu mekanik sonuçlar değerlendirildiğinde ise B frit ile üretilen cam-seramikler A frit ile üretilenlere oranla daha iyi sonuçlar vermiştir. Bu sonuçlar ince taneli lösit kristal oranının optimum seviyede arttırılmasının mekanik özellikleri olumlu etkilediğini göstermektedir.

## KAYNAKLAR

- [1] E. El-Meliegy and R. Van Noort, "Glasses and glass ceramics for medical applications," *Glas. Glas. Ceram. Med. Appl.*, vol. 9781461412, pp. 1–244, 2012.
- [2] R. W. K. Li, T. W. Chow, and J. P. Matinlinna, "Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: State of the art," *Journal of Prosthodontic Research*. 2014.
- [3] T. Miyazaki, Y. Hotta, J. Kunii, S. Kuriyama, and Y. Tamaki, "A review of dental CAD/CAM: current status and future perspectives from 20 years of experience," *Dent. Mater. J.*, vol. 28, no. 1, pp. 44–56, 2009.
- [4] C. Ritzberger, E. Apel, W. Höland, A. Peschke, and V. M. Rheinberger, "Properties and clinical application of three types of dental glass-ceramics and ceramics for CAD-CAM technologies," *Materials (Basel)*., vol. 3, no. 6, pp. 3700–3713, 2010.
- [5] G. Brenes, Christian. Ibrahim, Duqum. Mendonca, "Materials and systems for all ceramic CAD / CAM restorations A review of the literature," *CAD/CAM Int. Mag. Digit. Dent.*, vol. 7, no. 3, pp. 10–15, 2016.
- [6] C. M. Gorman, W. E. McDevitt, and R. G. Hill, "Comparison of two heat-pressed all-ceramic dental materials.," *Dent. Mater.*, vol. 16, pp. 389–395, 2000.
- [7] W. Holand and G. H. Beall, *Glass-Ceramic Technology*, Second edi., vol. 30, no. 8. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc, 2012.
- [8] A. Aydin, "Düşük Ergime Sıcaklıklı Tam Dental Porselen Üretimi," *Afyon KArahisar Üniversitesi*, 2007.
- [9] M. Mrázová and A. Kloužková, "Leucite porcelain fused to metals for dental restoration," *Ceramics - Silikaty*. 2009.
- [10] E. Harris, *Glass-Ceramic Technology*, vol. 30, no. 8. 1989.
- [11] Ş. A. D. H. Özkan Toplan, Şenol Yılmaz, "Cam ve Cam- seramik Malzemeler," 2015.
- [12] D. Eyl and H. Karaca, "Kalsiyum ve Magnezyum Oksit Bileşimli Bir Frit Kompozisyonu Geliştirmek ve Kristalizasyon Davranışını İncelemek," 2014.
- [13] V. M. F. Marques, D. U. Tulyaganov, S. Agathopoulos, V. K. Gataullin, G. P. Kothiyal, and J. M. F. Ferreira, "Low temperature synthesis of anorthite based

- glass-ceramics via sintering and crystallization of glass-powder compacts,” J. Eur. Ceram. Soc., vol. 26, no. 13, pp. 2503–2510, 2006.*
- [14] B. Kükürtcü, “*Cam Cam-Seramik Malzemelerin Üretimi ve Yapay Vücut Sıvısı İçerisindeki Davranımlarının İncelenmesi,*” İstanbul Teknik Üniversitesi, 2008.
- [15] M. J. Cattell, T. C. Chadwick, J. C. Knowles, R. L. Clarke, and D. Y. D. Samarawickrama, “*The nucleation and crystallization of fine grained leucite glass-ceramics for dental applications,*” *Dent. Mater.*, vol. 22, no. 10, pp. 925–933, 2006.
- [16] C. Akın, “*Metal desteksiz porselen sistemleri,*” *Cumhur. Üniversitesi Dişhekimliği Fakültesi Derg.*, vol. 2, 2002.
- [17] G. Tünaydın, “*Dental Uygulamalar İçin Opak Porselen Toz Üretimi Ve Karakterizasyonu,*” 9 Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2016.
- [18] C. . Gorman, W. . McDevitt, and R. . Hill, “*Comparison of two heat-pressed all-ceramic dental materials,*” *Dent. Mater.*, vol. 16, no. 6, pp. 389–395, 2000.
- [19] E. Şahin, “*Restoratif Diş Hekimliğinde CAD/CAM Laboratuvar Uygulamaları,*” *Hacettepe Diş Hekim. Fakültesi Derg.*, vol. 4, pp. 41–46, 2009.
- [20] X. Chen, T. C. Chadwick, R. M. Wilson, R. G. Hill, and M. J. Cattell, “*Crystallization and flexural strength optimization of fine-grained leucite glass-ceramics for dentistry,*” *Dent. Mater.*, vol. 27, no. 11, pp. 1153–1161, 2011.
- [21] I. D. Brodtkin *et al.*, “*United States Patent, Low Fusing Dental Porcelains Containing Fine-Grained Leucite,*” 6,120,591, 2000.
- [22] L. Perng-Ru, “*Panorama of dental CAD/CAM restorative systems,*” no. March, 2014.
- [23] b.t., “*Ferro Frit 3110,*” 2018. [Online]. Available: [https://digitalfire.com/4sight/material/ferro\\_frit\\_3110\\_349.html](https://digitalfire.com/4sight/material/ferro_frit_3110_349.html).
- [24] R. Ibsen, X. Chen, M. J. Cattell, J. V. Riedel, and T. C. Chadwick, “*Control of Ceramic Microstructure,*” 2009.
- [25] W. Loop, “*Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products 1,*” vol. 88, no. Reapproved 2006, pp. 13–14, 2009.

- [26] European Committee for Standardization, “*EN ISO 6872 Dentistry- Ceramic materials,*” 2015.
- [27] ASTM, “*Astm E494-95: Practice for measuring ultrasonic velocity in materials,*” *Astm E494-95*, vol. 04, p. American Society for Testing and Materials, West C, 2001.
- [28] G. R. Antis *et al.*, “*A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements,*” *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 46, no. September, pp. 533–538, 1981.
- [29] F. Filser and L. J. Gauckler, “*Chapter 5: glass,*” 2007.
- [30] D. C. Palmer, A. Putnis, and E. K. H. Salje, “*Twinning in tetragonal leucite,*” *Phys. Chem. Miner.*, vol. 16, no. 3, pp. 298–303, 1988.
- [31] V. M. Ii, “*Vitablocs ® Mark II For Cerec ®,*” 2012.
- [32] IVOCLAR, “*IPS Empress CAD ®,*” *Ivoclar Vivadent*, p. 31, 2006.



## ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Elif Sıla ERGANİ

Doğum Yeri ve Yılı : Gölcük, 1993

Medeni Hali : Bekar

Yabancı Dili : İngilizce

E-posta : elifsilaergani@gmail.com

### Eğitim Durumu

Lise : Mardin Anadolu Lisesi, 2011

Lisans : Manisa Celal Bayar Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 2015

### Mesleki Deneyim

Kurum bilgisi : Atlas-Enta Dışçılık San. ve Tic. A.Ş. 2016-...